

**TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI**

**Fakulta strojní**

**Katedra materiálu**

**Habilitační práce**

**Vnitřní tlumení v kompozitních materiálech**

**2009**

**Dora Kroisová**

## Abstract

This research work is focused on an internal damping in composite materials. The internal damping is an important parameter related to the dynamic behaviour of materials and it can be used as a source of interesting knowledge about their structure, state and behaviour.

Composite systems designed for experiments were created by a two-component epoxy resin and 21 different types of organic and inorganic fillers. Selected fillers differ in their composition, particle size and shape, the weight fraction in the polymer matrix and the location in tested specimens.

Damping tests of casted and cured epoxy composite systems were performed at a temperature of approximately 22°C and a low frequency at a range of 50 Hz to 100 Hz as a common condition of the dynamic stress of structures. The photo-electric equipment was used to measure the deflection of samples, the loss coefficient  $\tan \delta$  was calculated by the common method. A scanning electron microscopy was used to observe fillers shape and size as well as fracture surfaces of samples and the evaluation of composite systems interfaces. Energy dispersive X-ray analysis was used for chemical analysis of selected materials.

The particles type, the fraction of the particles in the matrix, their size and shape, the location of the filler in samples and basic mechanical parameters can influence the internal damping of composite systems.

Low modulus particles of filler with a nonspherical shape have an influence on the internal damping as a result of their deformation during the vibration of the matrix. The deformation energy is the source of the decrement and the reason for a damping increase. Spherical and high modulus particles practically do not deform and do not increase the damping of composite systems.

The dependence of the loss coefficient  $\tan \delta$  to weight fraction of the filler in this epoxy matrix has the specific character for some type of filler (thin flakes created from silicon dioxide fibres). It expresses the local maximum at the certain weight fraction of this filler due to the interaction of submicron fibres with the matrix.

Nanoparticles of ferrous-ferric oxide display significant increase of the loss coefficient  $\tan \delta$  with increasing weight fraction of this filler. Oxide nanoparticles are surrounded by the special polymer phase and the significant increase is caused by the interaction of nanoparticles with this surrounding phase.

**Key words:** composite materials; particle fillers; internal damping.

### **Poděkování**

Za pochopení a podporu při zpracování této práce děkuji vedoucímu katedry Doc. Ing. Františku Stuchlíkovi, CSc.

Za obětavou pomoc při pořizování snímků z elektronového mikroskopu na pracovišti v Mladé Boleslavi děkuji RNDr. Věře Vodičkové, Ph.D.

Za zhotovení mechanických částí přípravků jsem zavázána panu Zdeňku Šindlerovi.

Celému kolektivu katedry materiálu děkuji za veškerou pomoc, kterou mi vždy velmi ochotně poskytli.

Za pomoc a podporu děkuji své rodině.

# Obsah

<b>1 Úvod.....</b>	<b>6</b>
<b>2 Teoretická část.....</b>	<b>7</b>
<b>2. 1 Vnitřní tlumení ve hmotném prostředí.....</b>	<b>7</b>
2. 1. 1 Základní pojmy a vztahy.....	7
2. 1. 2 Vnitřní tlumení v kovech.....	13
2. 1. 3 Vnitřní tlumení v polymerech.....	15
2. 1. 4 Vnitřní tlumení v kompozitních materiálech.....	18
2. 1. 5 Metody měření vnitřního tlumení.....	19
<b>3 Experimentální část.....</b>	<b>21</b>
<b>3.1 Volba použitých materiálů.....</b>	<b>21</b>
3. 1. 1 Výběr matrice a její základní charakteristika.....	21
3. 1. 2 Výběr plniv, jejich základní rozdělení a charakteristika.....	23
<b>3. 2 Příprava vzorků, sledování mezifázového rozhraní a prvková analýza.....</b>	<b>28</b>
3. 2. 1 Příprava vzorků.....	28
3. 2. 2 Mezifázové rozhraní a prvková analýza.....	29
<b>3. 3 Měření vnitřního tlumení.....</b>	<b>30</b>
3. 3. 1 Měřicí zařízení.....	31
3. 3. 2 Měřicí metoda.....	33
3. 3. 3 Cyklické namáhání.....	33
3. 3. 4 Podmínky měření.....	35
<b>3. 4 Hodnocení vnitřního tlumení a morfologie kompozitních systémů.....</b>	<b>36</b>
3. 4. 1 Vnitřní tlumení neplněné epoxidové pryskyřice.....	36
3. 4. 2 Vnitřní tlumení vybraných kompozitních systémů.....	38
3. 4. 2. 1 Epoxidová pryskyřice – částice litiny s lupínkovým grafitem.....	39
3. 4. 2. 2 Epoxidová pryskyřice – částice oxidu železitého.....	42
3. 4. 2. 3 Epoxidová pryskyřice – částice oxidu titaničitého.....	45
3. 4. 2. 4 Epoxidová pryskyřice – částice pyrogenního amorfního oxidu křemičitého.....	48
3. 4. 2. 5 Epoxidová pryskyřice – částice drceného křemene.....	51



3. 4. 2. 6 Epoxidová pryskyřice – částice karbidu křemíku.....	54
3. 4. 2. 7 Epoxidová pryskyřice – částice práškové tuhy.....	57
3. 4. 2. 8 Epoxidová pryskyřice – částice aktivního uhlí.....	60
3. 4. 2. 9 Epoxidová pryskyřice – částice montmorillonitu.....	63
3. 4. 2. 10 Epoxidová pryskyřice – částice syntetického zeolitu.....	66
3. 4. 2. 11 Epoxidová pryskyřice – šupiny mosazi.....	70
3. 4. 2. 12 Epoxidová pryskyřice – šupiny hliníku.....	73
3. 4. 2. 13 Epoxidová pryskyřice – částice brusné dřevoviny.....	78
3. 4. 2. 14 Epoxidová pryskyřice – bambusová vlákna.....	81
3. 4. 2. 15 Epoxidová pryskyřice – částice korku.....	84
3. 4. 2. 16 Epoxidová pryskyřice – šupiny vytvořené vlákny oxidu křemičitého.....	87
3. 4. 2. 17 Epoxidová pryskyřice – částice oxidu železnato-železitého.....	91
3. 4. 2. 18 Epoxidová pryskyřice – částice olova.....	96
3. 4. 2. 19 Epoxidová pryskyřice – částice mědi.....	100
3. 4. 2. 20 Epoxidová pryskyřice – skelná vlákna sekaná.....	103
3. 4. 2. 21 Epoxidová pryskyřice – uhlíková vlákna sekaná.....	106
<b>4 Diskuze výsledků.....</b>	<b>109</b>
<b>5 Závěr.....</b>	<b>113</b>
<b>6 Literatura.....</b>	<b>114</b>

# 1 Úvod

Mezi moderní materiály používané v technické praxi patří v současné době také materiály kompozitní, poskytující nové a zajímavé užité vlastnosti. Jsou to částicové a vláknové systémy, mnohdy na bázi polymerů s plnivý makroskopických a mikroskopických rozměrů, ale také s plnivý nanostrukturními.

Obsahem práce je výzkum v oblasti kompozitních materiálů zaměřený na jejich vlastnosti a chování při dynamickém namáhání. Navazuje na úvodní výzkum v téže oblasti (disertační práce: Ultramikroskopické částice v polymerních kompozitních systémech), kdy byly kompozity sledovány při statickém zatěžování. Dynamické namáhání poskytuje informace o chování kompozitů, důležité pro jejich praktické využití jako konstrukčních materiálů nebo jako materiálů pro útlum vibrací, resp. pro jiné specifické aplikace.

Práce má charakter širě pojaté experimentální studie zaměřené na řadu kompozitních materiálů na bázi licí epoxidová pryskyřice s různými plnivý. Použití typické licí epoxidové pryskyřice je navrženo s ohledem na její značné praktické uplatnění, snadné zpracování a také záměry a cíle práce, orientované k hlubšímu poznání vazeb mezi matricí a plnivem na mezifázovém rozhraní, vlivem druhu plniva a stupně plnění na vnitřní tlumení v kompozitních materiálech a jeho velikost i možné změny při dlouhodobém cyklickém namáhání.

Spektrum sledovaných plniv zahrnuje plniva částicová i vláknová z materiálů kovových i nekovových, anorganických i organických. Velikosti částic nebo vláken, resp. destiček se pohybují v oblasti mikrometrů, v některých případech zasahují do zajímavé a perspektivní oblasti nanometrů.

K hodnocení vnitřního tlumení je použita metoda měření útlumu volných kmitů vzorků kompozitních materiálů vhodné geometrie. K měření parametrů tlumených kmitů byla navržena a realizována metoda, která je variantou uspořádání používaných pro dynamicko-mechanické analýzy.

Teoretická část práce uvádí v nezbytném rozsahu základní pojmy a vztahy související s elastickým a anelastickým chováním pevných látek a opírá se o obsáhlou odbornou literaturu.

V experimentální části jsou uvedeny základní charakteristiky matrice a vybraných plniv, příprava vzorků, použitá měřicí metoda a výsledky měření vnitřního tlumení jednotlivých kompozitních systémů a jejich analýza a hodnocení. Tato část zahrnuje i mikroskopické snímky plniv a lomových ploch kompozitů s komentářem.

## 2 Teoretická část

### 2. 1 Vnitřní tlumení ve hmotném prostředí

#### 2. 1. 1 Základní pojmy a vztahy

Základní konstrukční parametry materiálů jsou obvykle získávány z rozboru tahové zkoušky, jejíž průběh je možné sledovat v celém rozsahu elastických i plastických deformací. Křivka závislosti deformace  $\varepsilon$  na napětí  $\sigma$  charakterizuje makrodeformace vzorků po vložení napětí a poskytuje informace o deformačním procesu, který se odehrává ve vnitřní stavbě materiálu během rostoucího napětí.

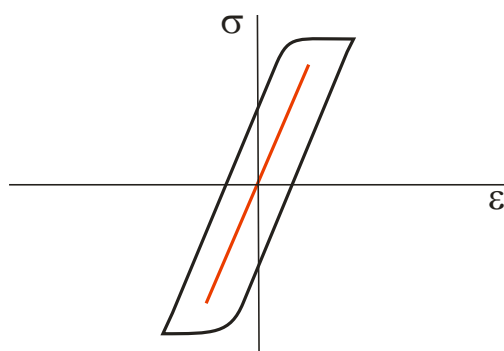
Při periodickém zatěžování, kdy síla mění svoji velikost od nuly k maximu a zpět, se v diagramu napětí – deformace objevují určité změny, které jsou důsledkem rozvoje deformace v materiálu. Následkem toho dochází k většímu nebo menšímu zpoždění deformace za napětím, čímž vzniká jev popsatelný hysterezní smyčkou. Tento jev je vyvoláván vznikem plasticky deformovaných objemů v materiálu. Plocha hysterezní smyčky je úměrná mechanické energii, která se nevratně promění v teplo během jednoho zatěžovacího cyklu. Přeměněná mechanická energie za jeden cyklus je měřítkem vnitřního tlumení materiálu. Mírou velikosti vnitřního tlumení je bezrozměrná veličina  $\Psi$ , kterou nazýváme koeficientem útlumu a je daná vztahem

$$\Psi = \frac{\Delta W}{W} \quad (2. 1)$$

kde  $\Delta W$  je velikost rozptýlené energie v průběhu jednoho cyklu a  $W$  je potenciální energie tělesa, odpovídající maximální energii v témže cyklu, v němž byla stanovena hodnota  $\Delta W$  [1, 2, 3, 4].

$$W = \int_{\omega t=0}^{\omega t=\frac{\pi}{2}} \sigma d\varepsilon = \frac{1}{2} E' \varepsilon_0^2 \quad (2. 2)$$

$$\Delta W = \oint \sigma d\varepsilon = \pi E'' \varepsilon_0^2 \quad (2. 3)$$

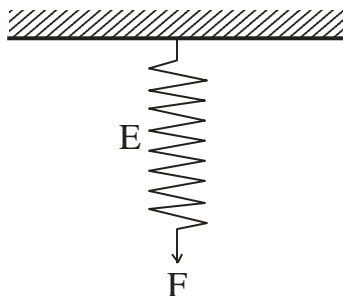


Obr. 2. 1. Plocha hysterezní smyčky je úměrná nevratně ztracené mechanické energii přeměněné v teplo v průběhu jednoho zatěžovacího cyklu a je měřítkem vnitřního tlumení v reálném materiálu. Přímková závislost odpovídá chování ideálně pružného materiálu [4].

Vnitřním tlumením v materiálu rozumíme nevratné pochody, které provázejí periodickou deformaci materiálu při určité velikosti vnějšího napětí. Nevratnost těchto pochodů je daná tím, že se část energie deformace v každém napěťovém cyklu - periodě přemění v energii tepelnou, popřípadě energii vnitřní. Vnitřní tlumení je složitým jevem spočívajícím na celé řadě dílčích vzájemně se podmínujících vztahů ve vnitřní stavbě materiálů.

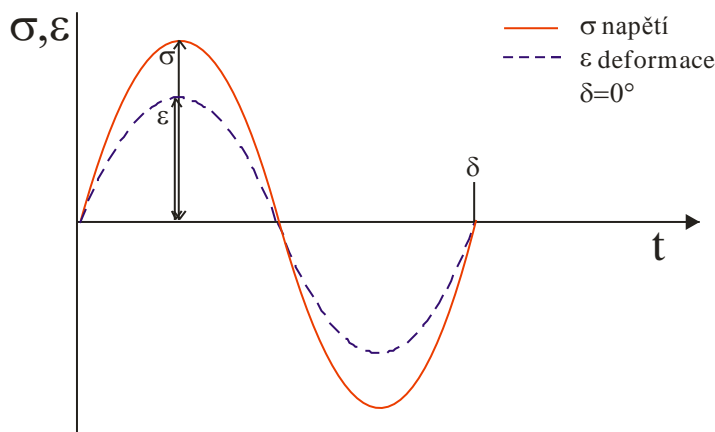
Uvedené vztahy v této kapitole definující vnitřní tlumení jsou převzaty z literatury a mají obecný charakter [1, 2, 3, 4].

V ideálně pružném tělese se deformace ustaví okamžitě po vložení napětí – její velikost je přímo úměrná napětí a s časem se nemění. Veškerá práce vynaložená na deformaci tělesa se v něm akumuluje jako potenciální energie a je možné ji kvantitativně získat zpět po zrušení vnějšího napětí. K popisu deformačního chování materiálu stačí jediná materiálová konstanta – modul pružnosti  $E$ , který není závislý v oblasti pružných deformací na velikosti zatížení a na době jeho trvání. Chování ideálně pružného tělesa se znázorňuje zavěšenou pružinou a vztah mezi napětím a deformací vyjadřuje Hookův zákon  $\sigma = \varepsilon \cdot E$  [4].



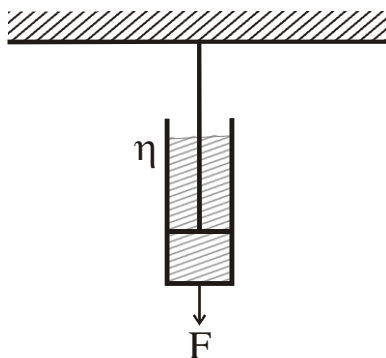
Obr. 2. 2. Zatížená pružina – model elastického chování [4].

V případě periodického namáhání ideálně pružného materiálu nedochází ke zpoždování deformace za napětím a tudíž fázový posuv deformace  $\varepsilon$  za napětím  $\sigma$  označovaný jako  $\delta$  je nulový a vztah mezi napětím a deformací je definován jako Youngův modul pružnosti  $E$ .

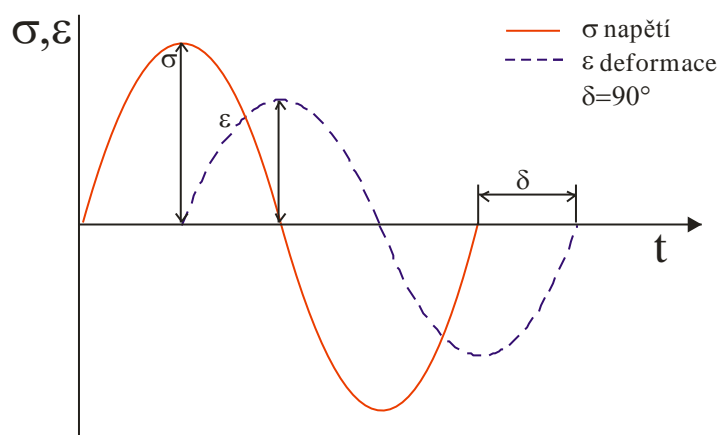


Obr. 2. 3. Časová závislost napětí a poměrné deformace při periodickém namáhání ideálně pružného materiálu [4].

V ideálně viskózní kapalině vztah mezi napětím  $\sigma$  a deformací  $\varepsilon$  vyjadřuje Newtonův zákon  $\sigma = \eta \cdot d\varepsilon/dt$ , kde  $\eta$  představuje viskozitu. Působením vnějšího napětí dochází ke smykovému posuvu jednotlivých vrstev kapaliny – nastává tok. Mezi napětím a deformací se rovnováha nevytvoří, deformace narůstá po celou dobu působení síly a deformovaný stav zůstává zachován. Celková deformace je podmíněna nejen velikostí napětí, ale i dobou jeho působení. Veškerá práce vynaložená na deformaci se mění v kinetickou energii pohybujících se částic a nakonec v teplo. Chování ideálně viskózní kapaliny se znázorňuje válcem s netěsným pístem, který se pohybuje v kapalině určité viskozity  $\eta$  [4].



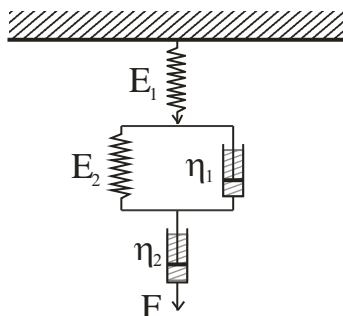
Obr. 2. 4. Zatížená soustava válec s netěsným pístem v kapalině – model ideálně viskózní kapaliny [4].



Obr. 2. 5. Časová závislost napětí a poměrné deformace při periodickém namáhání ideálně viskózní kapaliny [4].

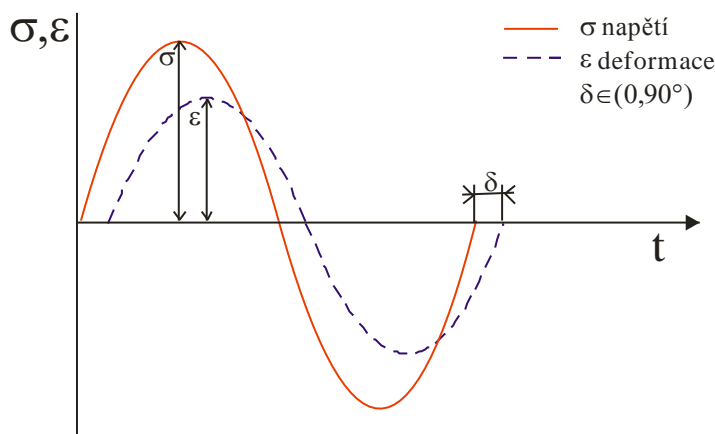
Chování reálných materiálů se k chování těchto modelů více nebo méně přibližuje. Nižší hodnota modulu pružnosti (např. kovových materiálů) získaná za použití dynamické zkušební metody se bude lišit od hodnoty získané metodou statickou přibližně o 1%. Tento rozdíl, ačkoli se zdá být malý, již nespádá do oblasti chyb měření, ale vyjadřuje skutečnost, že v materiálu vzniká dynamickým namáháním pružná deformace, která je sumou deformací dvou typů. První, ideálně pružná deformace se ustavuje okamžitě po vložení napětí a je dána pružnými vlastnostmi ideální mřížky. Druhá, doplňková pružná deformace, někdy označovaná také jako kvazipružná, se ustavuje v čase. Původ procesů ovlivňujících tuto deformaci je různorodý a souvisí s vnitřní přestavbou struktur a poruchami, které se v reálných materiálech vyskytují, s tepelnými procesy probíhajícími v zatěžovaném materiálu, s frekvencí zatěžování a s relaxačními procesy [3].

Amplitudy vibrací vybuzených v reálném tuhém tělese klesají v průběhu času k nule a pružná energie původně dodaná do systému se nevratně mění v energii tepelnou, která se v systému a jeho okolí postupně rozptyluje. Uvedený proces přeměny energie je způsoben řadou mechanismů, které je možné souhrnně označit jako vnitřní tlumení. Jeho velikost je popsána ztrátovým faktorem, který není materiálovou konstantou [1, 2, 3].



Obr. 2. 6. Reálné těleso – model viskoelastického chování [4].

Reálné materiály se chovají anelasticky. Při jejich cyklickém zatěžování dochází ke zpoždění deformace  $\varepsilon$  za napětím  $\sigma$  a toto zpoždění je vyjádřeno fázovým posuvem deformace  $\delta$ . Materiály, které vykazují tuto zpožděnou deformaci, se označují jako viskoelastické [1, 2, 3, 4].



Obr. 2. 7. Časová závislost napětí a poměrné deformace při periodickém namáhání viskoelastického materiálu [4].

Matematicky lze vztah mezi napětím a deformací vyjádřit následujícími vztahy [4]:

$$\sigma_{(t)} = \sigma_{(0)} \sin(\omega t) \quad (2. 4)$$

$$\varepsilon_{(t)} = \varepsilon_{(0)} \sin(\omega t - \delta) \quad (2. 5)$$

kde  $\delta$  vyjadřuje fázový posuv (ztrátový úhel),  
 $\sigma_{(0)}$  maximální hodnotu amplitudy napětí,  
 $\sigma_{(t)}$  okamžitou hodnotu amplitudy napětí v čase,  
 $\varepsilon_{(0)}$  maximální hodnotu amplitudy deformace,  
 $\varepsilon_{(t)}$  okamžitou hodnotu amplitudy deformace v čase.

Úhlová rychlost  $\omega$  je definována jako  $2\pi$  násobek kmitočtu  $\omega$

$$\omega = \frac{2\pi}{T} = 2\pi f \quad (2. 6)$$

kde  $f$  je frekvence a  $T$  je doba jednoho kmitu (cyklu).

Pro anelastické materiály se vztah mezi napětím a deformací vyjadřuje tzv. komplexním modulem  $E^*$ .

Pro periodicky zatěžovaný vzorek jsou vztahy pro  $\sigma$  a  $\varepsilon$  dány následujícími rovnicemi, které vyjadřují jejich komplexní charakter

$$\sigma = \sigma_{(0)} \exp(i\omega t) \quad (2. 7)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_{(0)} \exp[i(\omega t - \delta)] \quad (2. 8)$$

Komplexní modul  $E^*$  lze s použitím uvedených vztahů vyjádřit podílem

$$E^*_{(\omega)} = \frac{\sigma}{\varepsilon} = |E_{(\omega)}| \exp[i\delta(\omega)] \quad (2. 9)$$

z čehož plyne obecné vyjádření

$$E^*_{(\omega)} = E'_{(\omega)} + i E''_{(\omega)} \quad (2. 10)$$

kde  $E'_{(\omega)}$  představuje reálnou část a  $E''_{(\omega)}$  imaginární část komplexního modulu  $E^*_{(\omega)}$ . Z vektorového vyjádření lze ukázat, že

$$|E^2| = E'^2 + E''^2 \quad (2. 11)$$

Modul  $E'$  bývá také označován jako dynamický nebo konzervativní modul. Reprezentuje v podstatě tuhost viskoelastického materiálu a je úměrný energii uložené v materiálu během zatěžovacího cyklu. Je zhruba srovnatelný s elastickým modulem v případě jednotlivého malého rychlého zatížení s vratnou deformací [4].

Ztrátový modul  $E''$  je adekvátní energii nevratně rozptýlené v průběhu jednoho zatěžovacího cyklu a může být stanoven jako vibrační energie, která byla během vibrace přeměněna v teplo a nemůže být znovu získána zpět [4].

Jejich poměr je možné vyjádřit vztahem:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{E''}{E'} \quad (2. 12)$$

kde  $\operatorname{tg} \delta$  charakterizuje velikost vnitřního tlumení v materiálu.

Koeficient útlumu  $\psi$  je dán poměrem energie rozptýlené a energie dodané do systému v průběhu jednoho cyklu a je vyjádřen jako

$$\psi = \frac{\Delta W}{W} = 2\pi \frac{E''}{E'} = 2\pi \operatorname{tg} \delta \quad (2. 13)$$



kde  $\operatorname{tg} \delta$  je označován jako ztrátový koeficient nebo ztrátový činitel.

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\psi}{2\pi} = \frac{\Delta W}{2\pi W} = \frac{E''}{E'} \quad (2.14)$$

Příčinou tlumení kmitů je překonávání vnitřních tření v materiálu tělesa, ke kterému je třeba určitého množství energie v každém cyklu. Celková energie kmitů se v každém cyklu zmenší o jisté množství, které se spotřebuje na překonávání odporů ve hmotě, a tím celková energie kmitů postupně klesá až k nule [1, 2, 3, 4].

Experimentálně nejsnáze dosažitelná veličina k určení velikosti tlumení je logaritmický dekrement útlumu  $\lambda$ , který je dán vztahem

$$\lambda = \ln \frac{A_n}{A_{n+1}} \quad (2.15)$$

kde  $A_n$  vyjadřuje velikost  $n$ -té amplitudy,  $A_{n+1}$  velikost amplitudy, která jí následuje v  $n$ -tém cyklu tlumených kmitů. Vzájemná závislost  $\operatorname{tg} \delta$  a logaritmického dekrementu tlumení  $\lambda$  je určena následujícím vztahem:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\lambda}{\pi} \quad (2.16)$$

### 2. 1. 2 Vnitřní tlumení v kovech

Z podrobného fyzikálního rozboru je patrné, že vnitřní tlumení je složitým jevem, způsobeným celou řadou dílčích vzájemně se podmiňujících a vzájemně na sebe působících jevů ve vnitřní stavbě všech materiálů.

Na rozptyl energie v materiálu, resp. vnitřní tlumení, má značný vliv struktura. Jak bylo uvedeno v celé řadě prací, které se zabývaly studiem krystalických materiálů, proces tlumení ovlivňují běžné bodové poruchy, hranice zrn, dislokace a jejich pohyb krystalem, fázové transformace nebo rozdílné teploty mezi materiálem a obklopujícím prostředím [1, 2, 3, 5].

Reálné struktury kovů obsahují řadu defektů, jako jsou např. vakance, atomy příměsí nebo dislokace a další. Jejich vzájemné působení s napětovými poli vytváří anelastické chování.

Z makroskopického pohledu je možné na bodové poruchy nahlížet jako na inkluze s moduly pružnosti, které se liší od modulů pružnosti materiálu, který je obklopuje. Tyto poruchy vytvářejí lokální nesymetrie v krystalu a při cyklickém zatěžování jsou odpovědné za rozptyl energie, resp. vnitřní tlumení [1, 2, 3, 5].

K vnitřnímu tlumení přispívají také tzv. párové bodové poruchy, které mohou být tvořeny např. dvěma vakancemi nebo dvěma substitučními atomy nacházejícími se v blízkém

sousedství, substitučním atomem a atomem intersticiálně uloženým, substitučním atomem a vakancí. Každá párová porucha způsobuje deformaci blízkého okolí, která může měnit charakter krystalové mřížky. Pokud není materiál vystaven vnějšímu zatížení, jsou párové poruchy orientovány nahodile. Působením vnějších sil dochází ke změně jejich orientace, a pokud jsou tvořeny atomy většími, než jsou atomy základní mřížky, orientují se přibližně do směru působící síly. Z výsledků pokusů je zřejmé, že velikost vnitřního tlumení je úměrná počtu párových poruch, které se mohou působením vnější síly přeorientovat. Podrobně byl studován i vliv pohybu intersticiálních atomů v tuhých roztocích na vnitřní tlumení a to při laboratorních i zvýšených teplotách [1, 2, 3, 5].

K anelastickému chování polykrystalických materiálů přispívají také jejich vnitřní povrchy: hranice zrn, bloků, domén, hranice mezi jednotlivými fázemi. Rozptyl energie může být v těchto případech vysvětlen na základě pohybů vnitřních povrchů vlivem působícího napětí. Hranice mezi zrny s velmi rozdílnou orientací vykazují již při malých smykových napětích mikroplastické deformace, které jsou spojené s přeskupováním atomů. I když jsou zrna jen elasticky deformována, dochází podél jejich hranic ke snižování napětí a k dopružení. Je-li vnější síla a tudíž i napětí konstantní, dochází na hranici zrna k postupnému rozvoji plastické mikrodeformace, tedy k tečení, takže opět vzniká fázový posuv mezi cyklickou deformací a cyklickým napětím. Je-li polykrystalický materiál namáhán dynamicky za nízké teploty, je rozptyl energie malý vzhledem ke krátkému času, během kterého dochází k přeskupování atomů. Za zvýšených teplot je rozptyl energie také relativně malý, protože k přemísťování atomů je zapotřebí jen malého smykového napětí. Naproti tomu při namáhání v oblasti středních teplot dochází k nejvyššímu rozptylu energie, tedy k největšímu vnitřnímu tlumení, protože dochází k uplatnění takových stříhových sil, které vyvolají maximální plastickou deformaci [1, 2, 3, 5].

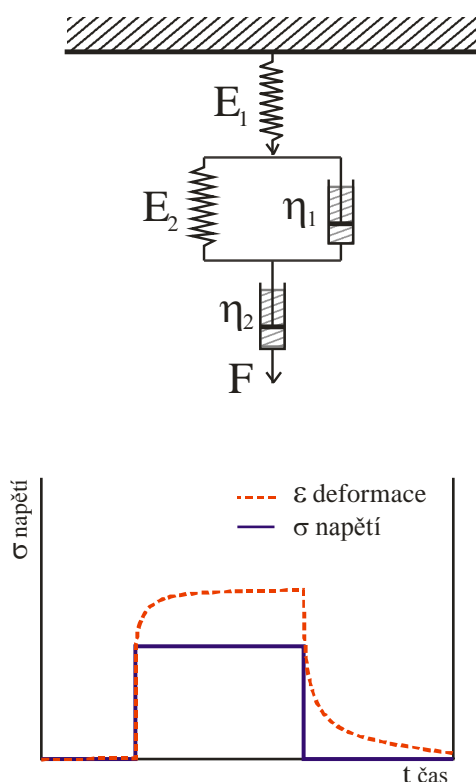
Při vhodné rychlosti zatěžování je možné u monokrystalických i polykrystalických materiálů sledovat tzv. termoelastický jev, který souvisí s ochlazováním materiálu při jeho prodlužování (přímé dopružování) a ohřevem při stlačování (zpětné dopružování). Je-li materiál periodicky zatěžován při vhodné frekvenci, vyvolává termoelastický jev určité vnitřní tlumení. U polykrystalických materiálů dochází v důsledku anizotropie jednotlivých krystalů ke změně deformace a napětí od jednoho krystalu k druhému. Vznikající malé tepelné rozdíly mezi jednotlivými krystaly vyvolávají přídavný příspěvek k vnitřnímu tlumení v určité frekvenční oblasti [5].

Dislokace, stejně tak jako bodové poruchy, se mohou pohybovat krystalovou mřížkou. Jejich pohyb je však v porovnání s pohybem bodových poruch značně komplikovaný. Z řady experimentů je patrné, že u kovů dochází k výraznému rozptylu energie podmíněnému pohybem dislokací při určité teplotě a frekvenci. Dislokační tlumení je tedy frekvenčně závislé a v oblasti kmitočtů řádu kHz je možné jej zanedbat [5].

### 2. 1. 3 Vnitřní tlumení v polymerních materiálech

Mechanismus tlumení v polymerních materiálech souvisí stejně jako u polykrystalických materiálů s vnitřní stavbou. Deformační chování polymerních materiálů vyvolané zatížením je navíc komplikovanější, neboť je ovlivněno jejich viskoelastickým chováním.

Viskoelastické chování polymerních materiálů se obvykle znázorňuje pomocí čtyřprvkového modelu sestaveného z pružiny poskytující představu o ideálně pružné časově nezávislé deformaci materiálu a z válce s netěsným pístem, dávající představu o časově závislém viskózním toku. Soustava vytvořená paralelním zapojením pružiny a válce s netěsným pístem reprezentuje časově závislou deformaci. Celková deformace viskoelastického tělesa se potom rovná součtu deformací jednotlivých členů. Při zatížení dojde k okamžité časově nezávislé deformaci pružiny, k časově závislé deformaci ve válci a k časově závislé deformaci systému pružina – válec [4, 6, 7].



Obr. 2. 8. Čtyřprvkový model pro popis viskoelastického chování polymerních materiálů.

$E_1, E_2$  – moduly pružnosti pružin,  $\eta_1, \eta_2$  – viskozity kapalin ve válcích,

$F$  – zatěžovací síla. [4].

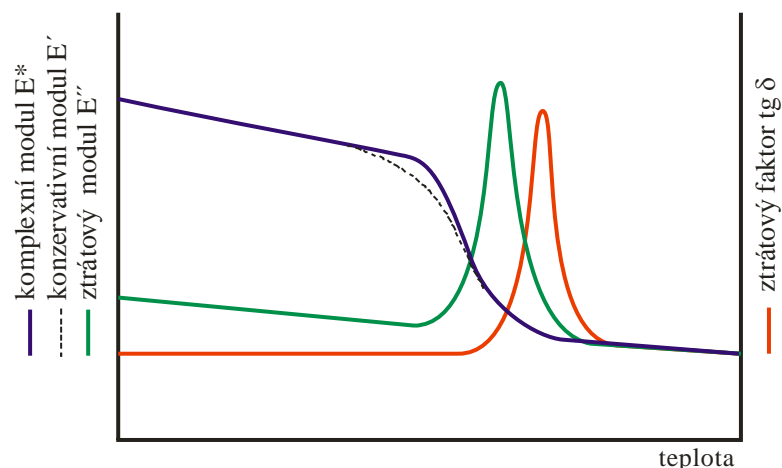
Viskoelastické chování polymerů se vyznačuje jistými společnými znaky. Celková deformace materiálu je funkcí napětí a času a je vratná jen zčásti. Práce spotřebovaná k deformaci se v deformovaném tělese ukládá částečně jako potenciální energie (tuto část je možné získat zpět), částečně se ztrácí ve formě tepla. Poměr mezi napětím a deformací není

materiálovou konstantou, ale je funkcí času, po který zatížení působí (tato hodnota se nazývá časově závislý modul pružnosti). Deformace polymerního tělesa je brzděna vnitřními odpory ve hmotě, a proto nemůže nastat okamžitě. Čím rychleji by měla deformace proběhnout, tím by byl brzdicí účinek viskózních členů výraznější a tím větší napětí by bylo nutné vynaložit na dosažení určité požadované deformace [6, 7].

V případě viskoelastického chování je důležité znát i teplotu, při které je materiál zatěžován. Jestliže je teplota, při níž je polymer zatěžován mnohem nižší, než je teplota jeho skelného přechodu, je viskozita kapalin ve válcích modelového systému tak vysoká, že se tyto členy při deformaci nemohou uplatnit a vlastnosti materiálu se blíží vlastnostem dokonale pružného tělesa. Naopak, blíží-li se teplota při zatěžování teplotě viskózního toku hodnoceného polymeru, uplatní se vlivy především viskózních členů a tavenina se svými vlastnostmi přibližuje chování ideálně viskózní kapaliny. Dalším parametrem, který může zásadním způsobem ovlivnit chování materiálu, je rozdílná doba působení vnější síly – rychlost deformace. Působí-li síla po velice krátkou dobu, např. při namáhání rázem, kapalina ve válcích klade tak velký odpor posuvu pístu, že se tyto složky nemohou uplatnit a výsledná deformace odpovídá prakticky jen deformaci ideálně pružného členu. Bude-li síla působit naopak po velmi dlouhou dobu, mají zpožděně elastický i viskózní člen dostatek času, aby se deformace mohly plně rozvinout při dlouhé době zatěžování, a pak mohou obě tyto složky prakticky převládnout [6, 7].

Celá řada polymerních materiálů je v praxi namáhána opakovanými silami. Pokud působí na polymery ve skelném nebo kaučukovitě pružném stavu proměnlivé síly, projevuje se jejich viskoelastická vnitřním tlumením. Schopnost tlumení kmitů mají viskoelastické materiály, tedy polymery, všeobecně lepší než kovy. Absorbovaná energie se mění uvnitř polymeru v teplo a je tedy nutné počítat se vzrůstem teploty dynamicky namáhaného materiálu, a tím pádem zároveň s poklesem jeho pevnosti a modulu pružnosti. Aby se teplota sledovaného materiálu ustálila, musí nastat rovnováha ve vzniku a odvodu tepla. Jestliže je množství vzniklého tepla za jednotku času větší než množství tepla odvedeného do okolí, teplota roste, což vede k rychlé destrukci. Ohřívání cyklicky namáhané součásti je tím intenzivnější, čím vyšší je ztrátový činitel  $\tan \delta$  daného materiálu, čím vyšší je napětí a frekvence zatěžování, čím nižší je tepelná vodivost plastu, čím nižší je součinitel přestupu tepla z povrchu plastu do okolí a čím menší je poměr povrchu dané součásti k jejímu objemu [6, 7, 8].

Čím větší je  $\tan \delta$ , tím silnější je útlum kmitů a tím větší část mechanické energie se materiálem pohltí a přemění v teplo. V rámci širšího teplotního rozmezí se  $\tan \delta$  mění tak, že dosahuje maxima v oblasti teploty skelného přechodu  $T_g$  příslušného polymeru. Existence tohoto maxima souvisí s měnící se pohyblivostí úseků makromolekulárních řetězců a se značným zpožděním jejich pohybů za působícím napětím v oblasti teploty  $T_g$ . Pod teplotou skelného přechodu jsou polymerní řetězce nepohyblivé a ztrátový faktor  $\tan \delta$  je relativně malý, nad teplotou skelného přechodu ve stavu kaučukovitém jsou tyto řetězce naopak značně pohyblivé a schopnost jejich pohybu se oproti působícímu napětí časově zpožďuje jen nepatrně,  $\tan \delta$  tedy opět klesá.  $\tan \delta$  se u téhož plastu mění s teplotou a frekvencí zatěžování [6, 7].



Obr. 2. 9. Modelové znázornění průběhů komplexního  $E^*$ , konzervativního  $E'$  a ztrátového  $E''$  modulu a ztrátového faktoru  $\delta$  na teplotě u amorfního polymerního materiálu při konstantní frekvenci [4].

Polymerní materiály patří mezi často využívané tlumicí prvky. Z elastomerů, používaných na dynamicky namáhané výrobky (pryžové tlumiče, pneumatiky) má největší vnitřní tlumení přírodní kaučuk. Ze syntetických kaučuků následují chloroprenový, butadienstyrenový a akrylonitrylový. Dalšími polymery využívanými pro tlumení vibrací jsou např. polyurethan, polypropylen/butyl kaučuková směs, polyamid nebo jejich směsi či nylon-6/polypropylenová směs [9]. Následující tabulka 2. 1 uvádí vybrané orientační hodnoty některých používaných materiálů.

Tabulka 2. 1 Přehled orientačních hodnot mechanických ztrátových faktorů  $\text{tg } \delta$  pro vybrané polymerní a kompozitní materiály při laboratorní teplotě převzatý z [10, 11].

<b>Materiál</b>	<b>ztrátový činitel <math>\text{tg } \delta</math></b>
Epoxidová pryskyřice	0,030
Polytetrafluorethylen	0,189
Polyamid 66	0,040
Polymethylmethakrylát	0,090
Pryž neoprénová	0,670
Epoxidová pryskyřice – uhlíková vlákna (bez tlumicí mezivrstvy)	0,008
Epoxidová pryskyřice – uhlíková vlákna (s tlumicí mezivrstvou)	0,017

## 2. 1. 4 Vnitřní tlumení v kompozitních materiálech

Mezi běžně používané konstrukční materiály patří kompozitní systémy s polymerní maticí, které se podle typu plniva dělí na dvě základní skupiny – kompozitní materiály vláknové a částicové. Tyto materiály nacházejí čím dál tím větší uplatnění díky svým příznivým mechanickým vlastnostem, odolnosti vůči vnějším vlivům, nízké hustotě a přijatelné ceně. Vnitřní tlumení, ke kterému v těchto systémech dochází, je zajímavou a dosud ne zcela vyřešenou problematikou. Výběr jednotlivých typů polymerů nebo jejich směsí, vhodnost plniv a jejich charakteristika, stejně jako vliv mezifázového rozhraní patří mezi základní diskutované otázky této oblasti. Fyzikálně-mechanické vlastnosti kompozitů jsou vždy určovány jednotlivými složkami, jejich zastoupením v daném systému a charakterem vytvářeného mezifázového rozhraní [10].

Mechanismus tlumení polymerních materiálů je primárně určen jejich viskoelastickým chováním a mechanismus tlumení plniv je dán jejich chemickým složením, vnitřní stavbou a přítomností defektů ve struktuře. V případě, že se jedná o kombinaci dvou nebo více materiálů, které spolu vytvářejí jednotný systém, je situace složitější. Hlavními zdroji tlumení v kompozitních systémech s polymerní maticí jsou viskoelastické a mikroplastické jevy související s maticí a skluzu mezi maticí a vyztužujícími prvky, vyvolané periodickým zatěžováním systému. Velikost vnitřního tlumení je ovlivňována vlastnostmi a objemovým poměrem mezi maticí a vyztužujícími prvky, velikostí, tvarem a způsobem rozmístění vyztužujících prvků, případně jejich povrchovou úpravou a kvalitou mezifázového rozhraní [10, 12].

Tlumení v případě nedokonalého mezifázového rozhraní může být způsobeno mechanismem kluzného tření. I pevné mezifázové rozhraní může také vést ke zvýšení vnitřního tlumení vlivem zvýšené hustoty dislokací v blízkosti rozhraní matrice – plnivo, ačkoli tento mechanismus není obvykle platný pro kompozity s polymerní maticí, protože jsou většinou používány nekrytalizující polymery jako matrice [10, 13, 14].

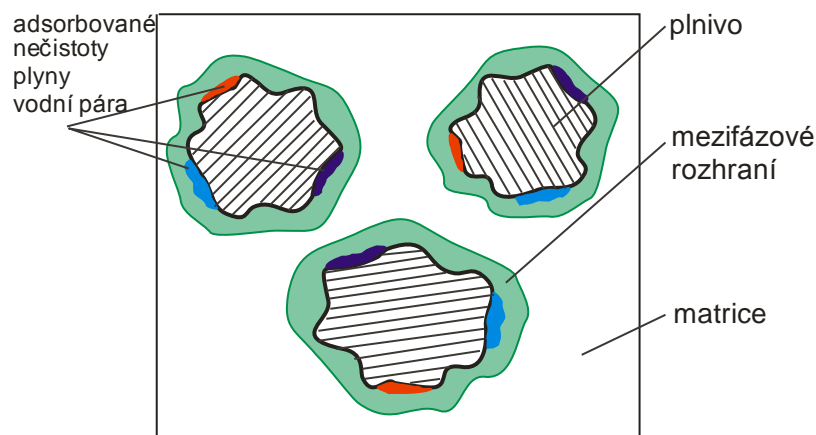
Problematika týkající se vzniku, kvality a možností ovlivnění kompozitního rozhraní je značně rozsáhlá a velmi úzce souvisí s procesem vnitřního tlumení. Analýza tlumení v kompozitních systémech tak vyžaduje hodnocení jednotlivých složek kompozitu a určení jejich vlastních příspěvků k chování materiálu jako celku [13].

Pokud kvalitní mezifázové rozhraní, podstatné pro přenos zatížení mezi maticí a vyztužujícími prvky nepřispívá k tlumení a schopnost tlumení vyztužujících prvků je zanedbatelná, tlumení v kompozitním systému bude reprezentováno výhradně objemem matrice. Tento případ je možné považovat za hraniční, protože v případě reálných materiálů mezifázové rozhraní k celkovému tlumení kompozitního systému větší nebo menší měrou přispívá [13].

Byla publikována řada prací [13, 15, 16, 17, 18], jejichž autoři se zabývali určením vztahů mezi vnitřním tlumením a strukturou kompozitních materiálů. Bylo zjištěno, že měřením

rozptylu energie, resp. její přeměnou v teplo během periodického zatěžování je možné určit kvalitu mezifázového rozhraní stejně dobře jako statickými mechanickými zkouškami. Měření vnitřního tlumení bylo využito k hodnocení změn ve struktuře vyztužených polymerů, které byly vystaveny dynamickému namáhání a u kterých došlo k tvorbě a rozvoji trhlin, stejně tak jako v případech studia adheze mezi vyztužujícími vlákny a matricí [13, 15, 17].

U kompozitních materiálů s polymerní matricí má podstatný vliv na vnitřní tlumení vlastní polymer, který je viskoelastický. V určitém teplotním intervalu – při teplotě skelného přechodu – vykazuje polymer maximální schopnost tlumení, nejvyšší hodnoty dosahuje i ztrátový faktor  $\tan \delta$ . U řady polymerních materiálů, především amorfních, však při teplotě skelného přechodu dochází k zásadnímu poklesu modulu pružnosti a materiál se tak stává prakticky nepoužitelným. Jistý vliv na tlumení má i přítomnost samotného vyztužujícího plniva ať vláknového nebo částicového, jeho objemové zastoupení, způsob uložení v matrici, čistota a látky na jeho povrchu. Otázka mezifázového rozhraní je značně komplikovaná, neboť čím dokonalejší je spojení mezi plnivem a matricí, tím vyšších hodnot požadovaných mechanických parametrů lze dosáhnout na jedné straně a nižší schopnosti tlumení na straně druhé [11, 16].



Obr. 2. 10. Model systému polymerní matrice – částicové plnivo – mezifázové rozhraní [19].

### 2. 1. 5 Metody měření vnitřního tlumení

Metody měření vnitřního tlumení jsou založeny na sledování útlumu kmitů kmitajících těles. Měřicí metody je možné rozdělit podle způsobu buzení kmitů a také podle způsobu registrace jejich průběhu. Různé varianty měřicích metod se navzájem liší frekvenčním a teplotním oborem nebo také tvary vzorků sledovaných materiálů. Využívají se torzní kmity, kmity vyvolané tahem nebo tlakem, střižné kmity, ohybové kmity nosníků a podobně [20].

Dynamicko-mechanická analýza (DMA) zahrnuje řadu metod poskytujících komplexní informace o vlastnostech materiálů. Zahrnuje i metody pro měření vnitřního tlumení – v komerční podobě přístrojů a zařízení poskytují přímo řadu experimentálních výsledků.

Dynamicko-mechanická analýza se využívá přímo ke stanovení reálného a ztrátového modulu, dále teploty skelného přechodu a dalších údajů, které jsou v přímé souvislosti s výše uvedenými parametry. Analýza je dále využitelná k určení teplot bodu tání, tečení, stupně krystalizace, míry orientace, zesílení a teplotní stability [1, 2, 3, 4].

Pro měření při velmi nízkých frekvencích na vzorcích ve formě tenkých pásků nebo vláken se používají torzní kmity [1, 2, 3].

Kromě zmíněné dynamicko-mechanické analýzy jsou běžně využívány i jednodušší metody, které jsou jejími modifikacemi a jsou určeny ke konkrétním potřebám měření [13, 17, 21, 23, 24]. Metody měření vnitřního tlumení jsou předmětem četných prací v odborné literatuře.



## 3 Experimentální část

### 3.1 Volba použitých materiálů

#### 3. 1. 1 Výběr matrice a její základní charakteristika

Základními požadavky pro výběr konkrétní polymerní matrice pro sledované kompozitní systémy byla její snadná zpracovatelnost, homogenita a izotropní chování po zpracování, zaručená technická čistota, využitelnost v praktických aplikacích, komerční dostupnost a zdravotní nezávadnost.

Jako matrice pro tato plniva byl pro zjednodušení představ vybrán nekystalizující polymer, který se při podmínkách měření nachází pod teplotou skelného přechodu, tedy ve stavu kdy je obecně vnitřní tlumení všech polymerních materiálů minimální a kdy by měl být vliv použitých plniv nejlépe popsitelný.

Epoxidové pryskyřice na bázi dianu vytvrzované běžnými tvrdidly jsou tuhé až křehké hmoty se sklonem k praskání. Uvedené nedostatky se odstraňují modifikací (plastifikací a flexibilizací), čímž se dosahuje vyšší pružnosti, ohebnosti, rázové houževnatosti a nižšího vnitřního pnutí. Při vnější plastifikaci se aditiva při vytvrzování nezabudovávají do struktury, ale pouze od sebe oddalují jednotlivé vytvrzované makromolekulární řetězce, čímž zajišťují jejich zvýšenou pohyblivost. Vnitřní plastifikátory (flexibilizátory) se svými reaktivními složkami zabudovávají při vytvrzování přímo do struktury makromolekulárních řetězců a mění charakter původní hmoty. Z plastifikátorů se nejčastěji používá dibutylftalát, největší technický význam ale mají polyfunkční flexibilizátory (polyglykoldiglycidylethery, polypropylen glykoly) obsahující reaktivní skupiny schopné reagovat s tvrdidlem nebo naopak s epoxidovou skupinou a stát se poté součástí polymerní sítě při vytvrzování [25].

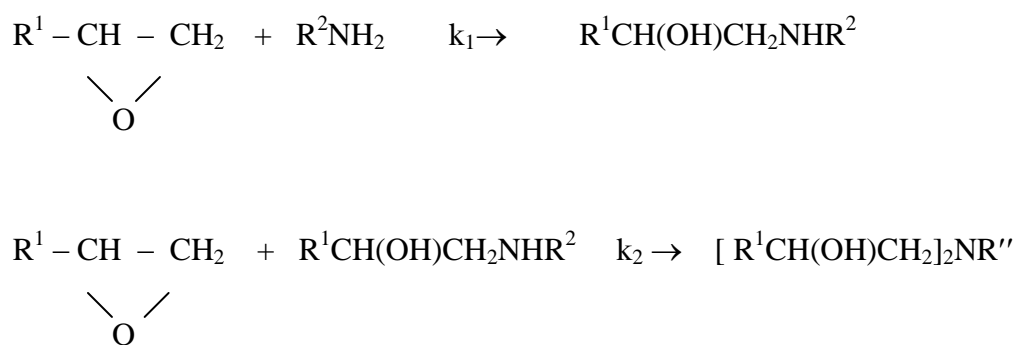
K úpravám zpracovatelských vlastností epoxidových pryskyřic i vlastností konečných výrobků se používají minerální částicová plniva. Použitím plniv je možné prodloužit dobu zpracovatelnosti, zmenšit smrštění při vytvrzování, příznivě ovlivnit vzrůst teploty reakční směsi stejně jako ovlivnit koeficient teplotní roztažnosti, chemickou odolnost a tvarovou stálost za tepla. Při výběru vhodného plniva je třeba dbát na řadu parametrů ovlivňujících možnosti jejich použití, jako např. alkalita plniva, měrný povrch, velikost a tvar částic, vlhkost adsorbovaná na povrchu, spolu s vlastnostmi požadovanými od konečného výrobku s přihlédnutím ke vhodné technologii zpracování [25].

Stejně jako u ostatních kompozitních materiálů se i pro plněné epoxidové pryskyřice využívá vazebných prostředků pro zajištění dokonalejšího styku plniva s pojivem na rozhraní fází. Pro tyto systémy se používají aminosilany, epoxysilany a organotitanáty [25].

Vytvrzené epoxidové pryskyřice jsou hmoty s vysokým modulem pružnosti, vysokými pevnostmi v tahu a v ohybu. Mají výbornou tvarovou stálost, velmi dobré elektrické vlastnosti i za vysokých teplot a jsou středně navlhavé. Epoxidové pryskyřice se s výhodou využívají jako lící hmoty. Vyplňují tak oblast mezi tradičními materiály a termoplasty a nacházejí uplatnění v nejrůznějších oborech pro četné aplikace [25].

K přípravě dále sledovaného kompozitního systému byla vybrána epoxidová pryskyřice na bázi dian-diglycidyletheru – ChS-Epoxy 371. Jedná se o středněmolekulární modifikovanou pryskyřici, reagující s vhodnými tvrdidly v příslušném poměru při normální nebo zvýšené teplotě. Nevytvrzená pryskyřice má vzhled žlutohnědé, silně viskózní kapaliny o specifické hustotě 1,13 g/cm<sup>3</sup>. K vytvrzování pryskyřice je doporučeno tvrdidlo P11 – chemicky se jedná o diethylenetriamin [26].

Při vytvrzování epoxidových pryskyřic aminy dochází ke spojování monomerních jednotek dvou druhů, přičemž (při vyloučení polymerace epoxidové skupiny) má reakce alternující charakter – k epoxidové skupině se připojuje vždy jen aminová funkční skupina. Chemická reakce mezi epoxidovou a aminovou skupinou probíhá podle následujících rovnic – viz obr. 11. Jedná se o následnou konkurenční reakci, kde v první reakci vzniká sekundární amin s hydroxylovou skupinou v poloze  $\alpha$  k dusíku; pak reaguje dále s další epoxidovou skupinou za vzniku terciárního aminu. Ten už nemá žádný aktivní vodík a může pouze katalyzovat polymeraci epoxidové skupiny samotné, což v některých případech nastává. Reakce se liší v rychlosti a poměr jejich rychlostních konstant velmi závisí na struktuře aminu i epoxidu. Vlastní reakce epoxidů s aminy má autokatalytický charakter – reakční rychlost je na počátku nižší než ve střední části konverzní křivky. Tento nárůst rychlosti je přičítán katalytickému vlivu vznikajících hydroxylů [25].



Obr. 3. 1. Schéma probíhající chemické reakce:

$k_1, k_2$  – rychlostní konstanty reakce

$\text{R}^1, \text{R}^2, \text{R}''$  – organické funkční skupiny [25].

V následující tabulce 3. 1 jsou uvedeny základní parametry udávané pro použitou pryskyřici jejím výrobcem, Spolkem pro chemickou a hutní výrobu, a.s. Ústí nad Labem.

Tabulka 3. 1 Základní parametry udávané pro epoxidovou pryskyřici ChS-Epoxy 371 Spolkem pro chemickou a hutní výrobu, a.s. Ústí nad Labem [26].

<b>Základní parametry</b>	<b>ChS – Epoxy 371</b>
Použité tvrdidlo Poměr pryskyřice: tvrdidlo P11	diethylentriamin 100:7
Podmínky vytvrzování [°C/hod.]	25/48
Mez pevnosti v tahu [MPa]	42
Modul pružnosti [MPa]	2500
Mez pevnosti v ohybu [MPa]	88
Teplota skelného přechodu [°C]	48
Viskozita [Pa.s/23°C]	20 – 70
Hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	1,13
Barva	slabě žlutá až žlutohnědá

### 3. 1. 2 Výběr plniv, jejich základní rozdělení a charakteristika

Plniva v licích epoxidových pryskyřicích ovlivňují řadu fyzikálních a mechanických vlastností. Těmito plnivy je možné např. snížit koeficient teplotní roztažnosti čistého polymeru, zvýšit jeho tepelnou odolnost nebo elektrickou vodivost. Použitím plniv se mění viskoelastické chování polymerního materiálu, obvykle klesá mez pevnosti v tahu a tažnost, roste modul pružnosti a pevnost v tlaku.

Výběr plniv pro tuto studii byl volen tak, aby zahrnoval širokou materiálovou oblast, ve které by byla zastoupena klasická plniva přírodního i syntetického původu, ale i další perspektivní materiály zahrnující skupinu materiálů submikronových. Volba plniv byla provedena také s ohledem na tvar částic a to tak, aby byly zastoupeny částice tvarově blízké kulovitým, přes prostorově komplikované nebo ostrohranné, až po částice u nichž převažuje délka nad průměrem (respektive plochou průřezu) a částice čistě vláknité.

Na základě rozdílného chemického složení, fyzikálních vlastností a tvarů byla vybrána následující plniva:

#### Částicová:

- 1) Olovo – kulovitý tvar částic, částice ve tvaru třísek
- 2) Oxid železitý – malé kulovité částice
- 3) Oxid železnato-železitý – velmi malé kulovité částice
- 4) Oxid titaničitý – malé kulovité částice
- 5) Oxid křemičitý pyrogenní amorfni – velmi malé kulovité částice
- 6) Zeolit – kulovitý tvar částic
- 7) Aktivní uhlí – kulovitý tvar částic
- 8) Montmorillonit – nepravidelný tvar částic
- 9) Šedá litina – nepravidelný tvar částic
- 10) Měď – nepravidelný tvar částic, tenké drátky
- 11) Křemen drcený – nepravidelný ostrohranný tvar částic
- 12) Prášková tuha – nepravidelný tvar částic
- 13) Karbid křemíku – nepravidelný, ostrohranný tvar částic
- 14) Brusná dřevovina – nepravidelný tvar částic, přírodní materiál
- 15) Korek – nepravidelný tvar částic, přírodní materiál
- 16) Mosaz – šupinovitý tvar částic
- 17) Hliníkový bronz – šupinovitý tvar částic
- 18) Oxid křemičitý – destičky vytvořené z vláken – šupinovitý tvar částic

#### Vláknová:

- 19) Skelná – vlákna
- 20) Uhlíková – vlákna
- 21) Bambusová – svazky jednotlivých vláken, přírodní materiál

Chování plniv v polymerní matrici je dáno jejich podstatou (plniva přírodní, syntetická, kovová, nekovová), hustotou, tvarem (částice, vlákna), velikostí, strukturou a hmotnostním zastoupením.

V následující tabulce 3. 2 jsou použita plniva vyjmenována a jsou uvedeny jejich základní charakteristiky, získané většinou z materiálových listů. Ve všech případech se jedná o produkty technické čistoty, jejichž povrchy nebyly modifikovány. Všechna plniva byla před aplikací sušena při teplotě 120°C po dobu tří hodin. Obsah plniv v základní matrici je udáván hmotnostním dílem plniva na 100 hmotnostních dílů polymeru. Jednotkou je „dsk“ běžně používanou v plastikařském průmyslu.

Tabulka 3. 2 Použitá plniva a jejich základní charakteristiky

<b>Plnivo (obchodní název)</b>	<b>složení [%]</b>	<b>hustota [g/cm<sup>3</sup>]</b>	<b>tvar plniva</b>	<b>rozměry plniva [μm]</b>
Olovo	99,9% Pb	11,3	kulovité částice	částice 50 – 150 μm
Olovo	99,9% Pb	11,3	třísky	průměr < 1 mm délka 3 – 7 mm
Oxid železitý – (Fepren <sup>TM</sup> TP)	97% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2% TiO <sub>2</sub>	5,2	agregáty z kulovitých částic	agregáty 20 – 80 μm částice < 1 μm
Měď	99,9% Cu	8,9	nepravidelné částice	částice 100 – 300 μm
Měď	99,9% Cu	8,9	tenké drátky	průměr 120 μm délka 3 – 5 mm
Litina s lupínkovým grafitem	95% Fe 3% C 2% Si	7,8	nepravidelné ostrohranné částice	částice 50 – 200 μm
Mosazné šupiny	70% Cu 30% Zn	8,4	šupiny a jejich shluky	shluky 30 – 80 μm tloušťka šupin 1 – 2 μm délka a šířka šupin 50 – 100 μm
Hliníkové šupiny	99% Al 1% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,7	šupiny a jejich shluky	shluky 30 – 100 μm tloušťka šupin 1 – 2 μm délka a šířka šupin 50 – 100 μm
Oxid titaničitý	92% TiO <sub>2</sub> 4% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 3% SiO <sub>2</sub> , 1% ZrO <sub>2</sub>	4,2	agregáty z kulovitých částic	agregáty 20 – 100 μm částice < 1 μm
Karbid křemíku	99,8% SiC	3,0	nepravidelné ostrohranné částice	částice 20 – 40 μm

Montmorillonit (Cloisite Na <sup>+</sup> T 42)	50% SiO <sub>2</sub> 15% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 10% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> O	2,8	nepravidelné agregáty	agregáty 5 – 30 µm
Pyrogenní amorfnní oxid křemičitý (Cab-O-Sil LM-150)	99,8% SiO <sub>2</sub>	2,2	agregáty z kulovitých částic	agregáty 20 – 100 µm primární částice 10 – 40 nm
Šupiny vytvořené z vláken oxidu křemičitého	99,8% SiO <sub>2</sub>	2,2	jednotlivé šupiny nebo jejich shluky	tloušťka šupin 10 µm délka a šířka šupin 2 – 5 mm vlákna submikronová
Drcený křemen	99,99% SiO <sub>2</sub>	2,2	nepravidelné ostrohranné částice	částice 20 – 250 µm
Prášková tuha	99% C	2,1 – 2,3	nepravidelné ostrohranné částice	částice 20 – 200 µm
Brusná dřevovina smrková	50% celulóza 30% lignin vosky	0,7 – 0,9	nepravidelné částice	částice 50 – 150 µm
Korek	45% suberin 27% lignin 12% celulóza	0,25 – 0,5	nepravidelné částice	částice 20 – 50 µm
Oxid železnato- železitý	99,9% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	4,9 – 5,1	agregáty z kulovitých částic	agregáty 10 – 20 µm částice < 1 µm
Zeolit syntetický	74% SiO <sub>2</sub> 12% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7% Na <sub>2</sub> O 1% Fe	1,5 – 2,0	nepravidelná zrna	zrna 10 – 200 µm
Aktivní uhlí	99,9% C	1,2	agregáty z nepravidelných částic	agregáty 100 – 200 µm částice 10 – 30 µm
Bambusová vlákna sekaná	50% celulóza 25% lignin	0,4 – 0,8	svazky vláken	svazky vláken 50 – 150 µm průměr vláken 20 – 30 µm délka vláken 2 – 3 mm

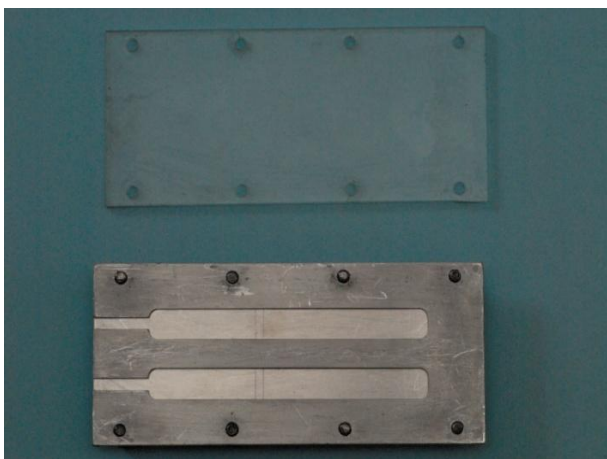
Skelná vlákna sekaná E-sklo	60 % $\text{SiO}_2$ 10% $\text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{MgO}$ , $\text{CaO}$ , $\text{Fe}_2\text{O}_3$	2,5	vlákna	průměr vláken 25 $\mu\text{m}$ délka vláken 2 – 5 mm
Uhlíková vlákna sekaná	99,9 C	1,6	vlákna	průměr vláken 8 $\mu\text{m}$ délka vláken 2 – 5 mm

### 3. 2 Příprava vzorků, sledování mezifázového rozhraní a prvková analýza

#### 3. 2. 1 Příprava vzorků

Pro přípravu vzorků sledovaných materiálů byly použity speciální rozebíratelné duralové formy, vhodné pro technologii odlévání. Všechny formy byly opatřeny odvětrávacími otvory pro možnost evakuace nebo vytvrzování při přetlaku. Vzorky vyjímány z forem byly zbaveny pouze otřepů a nálitků, bez nutnosti dalších úprav. Plocha průřezu vzorků ( $20 \pm 0,5$ ) mm<sup>2</sup> byla optimalizována vzhledem k použitým materiálům a možnosti vytvrzování vzorků v přetlakové nádobě. Délka vzorků byla ( $100 \pm 0,1$ ) mm. K separaci forem byl používán roztok včelího vosku v technickém benzínu, který na plochách formy vytvářel tenký, k použité pryskyřici chemicky inertní film. Pro každý kompozitní systém byla připravena dvojice identických vzorků stejného složení.

Při zavedení plniv do polymeru dochází k tvorbě vzduchových bublin. Vzduch je zanášen do systému i některými druhy plniv s vysokým měrným povrchem. Vzhledem k nutnému zajištění homogenních vzorků bez bublin a dutin, je vhodné připravené směsi před vytvrzením po dobu několika hodin zahřívat při teplotě cca 80°C a poté následně evakuovat vodní vývěvou při podtlaku cca 15 mm rtuťového sloupce. Po vmíchání tvrdidla je směs opakovaně evakuována a teprve poté odlita do forem, které jsou umístěny do přetlakové nádoby. Ta je spolu s vyrovnávací nádobou připojena ke kompresoru zajišťujícímu přetlak. Vzorky jsou vytvrzovány při přetlaku cca 0,75 MPa po dobu 24 hodin, poté jsou z formy vyjmuty a dotvrzeny příslušnou dobu při atmosférickém tlaku a laboratorní teplotě cca 22°C. Dotvrzování vzorků při teplotách vyšších než teplota skelného přechodu použité epoxidové pryskyřice (48°C) nebylo použito, neboť při měření tlumení byl zjištěn značný rozptyl hodnot měření v porovnání se vzorky, které byly dotvrzovány při laboratorní teplotě.



a)



b)

Obr. 3. 2. Snímky použité formy (a) a přetlakové nádoby (b).



K připraveným vzorkům byly před vlastním měřením přitmeleny tenké hliníkové clony – viz obr. 3. 3. Hmotnost těchto clon byla vzhledem k hmotnosti vzorků v poměru 1 : 50.



Obr. 3. 3. Vzorek s přitmelenou clonou.

### **3. 2. 2 Mezifázové rozhraní a prvková analýza**

K hodnocení charakteru mezifázového rozhraní na lomových plochách kompozitních vzorků bylo použito elektronové mikroskopie, v daném případě rastrovacího elektronového mikroskopu (VEGA\\TESCAN). Urychlovací napětí bylo 30kV, lomové plochy byly zobrazovány s využitím sekundárních nebo zpětně odražených elektronů.

EDAX analýza (Energy Dispersive X-ray Analysis) byla využita k identifikaci obtížně viditelných částic plniva v polymerní matrici a ke kvalitativní a kvantitativní kontrole chemického složení vybraných plniv.

Hodnocené lomové plochy vzorků byly připraveny naříznutím a následným zlomením vzorků při laboratorní teplotě. Lomové plochy připravené pro elektronovou mikroskopii byly pokoveny tenkou vrstvou slitiny Au-Pd. Plochy určené pro prvkovou analýzu byly napařeny tenkou uhlíkovou vrstvou.

Rastrovací elektronová mikroskopie byla použita také při sledování tvarů a velikostí částic aplikovaných plniv.

### 3. 3 Měření vnitřního tlumení

Měření vnitřního tlumení v pevných látkách je založeno na zjišťování průběhu tlumených kmitů ve vzorcích sledovaných materiálů vyvolaných působením vnějších sil. Pro tyto účely byla vypracována řada metod a jejich modifikací. K měření vnitřního tlumení kompozitních materiálů bylo vyvinuto zařízení a vytvořena metodika pro analýzu tlumených kmitů.

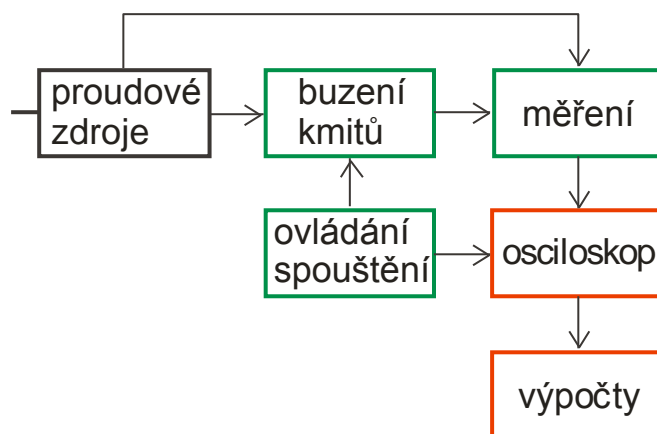
#### 3. 3. 1 Měřicí zařízení

Nedostatek komerčního experimentálního vybavení pro studium dynamického chování kompozitních materiálů vedl k návrhu a realizaci zařízení k měření vnitřního tlumení, které je variantou používaných metod pro jeho sledování a spadá mezi metody dynamicko-mechanických analýz (DMA). K měření byla získána část existujícího zařízení a po jeho doplnění a přizpůsobení využita.

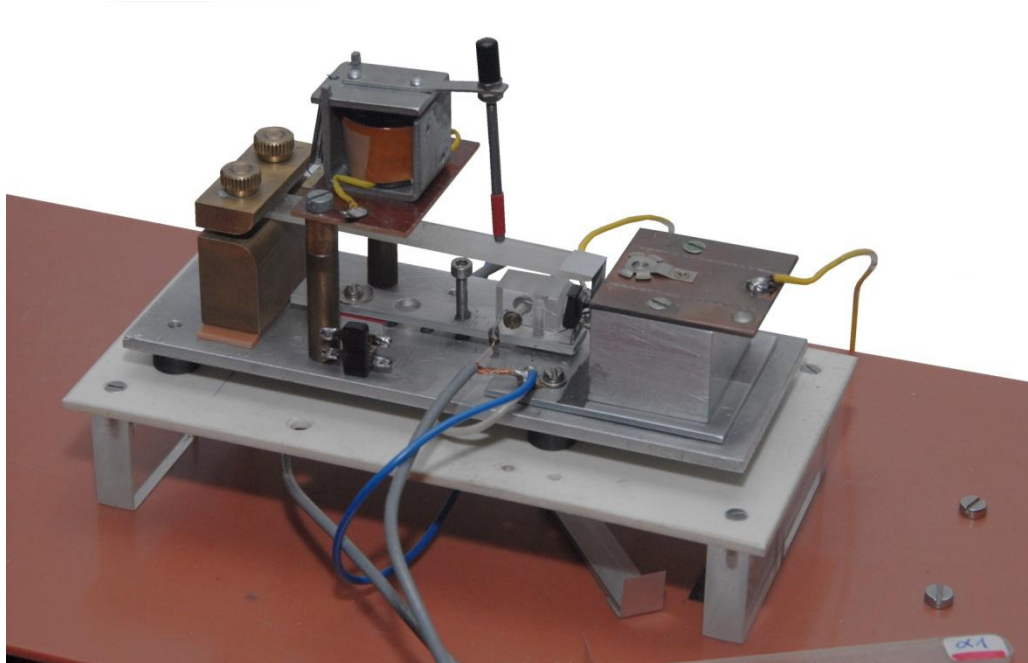
Základními prvky dále podrobněji popsaného zařízení jsou: část pro buzení volných kmitů vzorků materiálů a část pro vyhodnocování jejich útlumu.

Popsané uspořádání je výsledkem několika variant řešení souvisejících s buzením kmitů a jejich vyhodnocováním. Na základě řady orientačních měření bylo postupně dosaženo plně vyhovujících parametrů: reprodukovatelnosti výsledků, citlivosti a stability systému. Měřicí zařízení je určeno pro měření v oboru nízkých frekvencí při laboratorních teplotách.

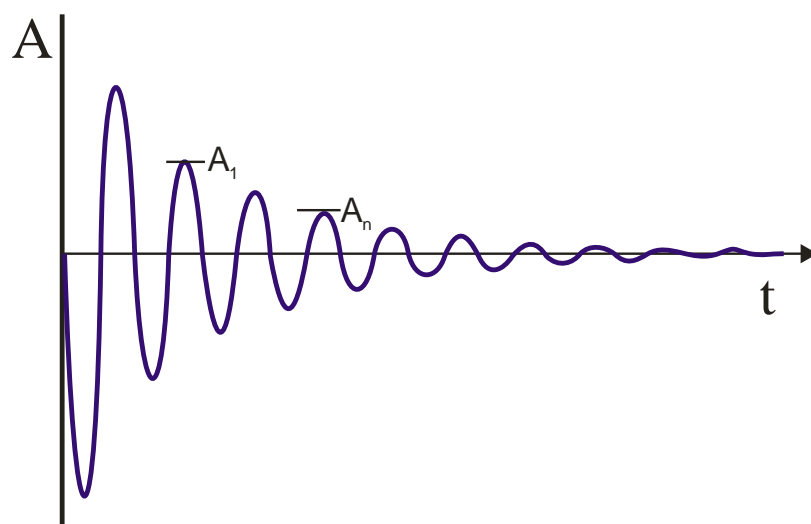
Mechanická část zařízení pro buzení kmitů je tvořena držákem pro upevnění vzorků, říditelným elektromagnetickým generátorem buzení kmitů, držákem fotoelektrického prvku výškově nastavitelným vůči cloně na vzorku a držákem osvětlovací žárovky s výstupní štěrbinou. Plošný fotoelektrický prvek a podélné vlákno žárovky zajišťují linearitu přenosu signálu v pracovním prostoru snímače. V mezeře mezi nimi se pohybuje clona vzorku.



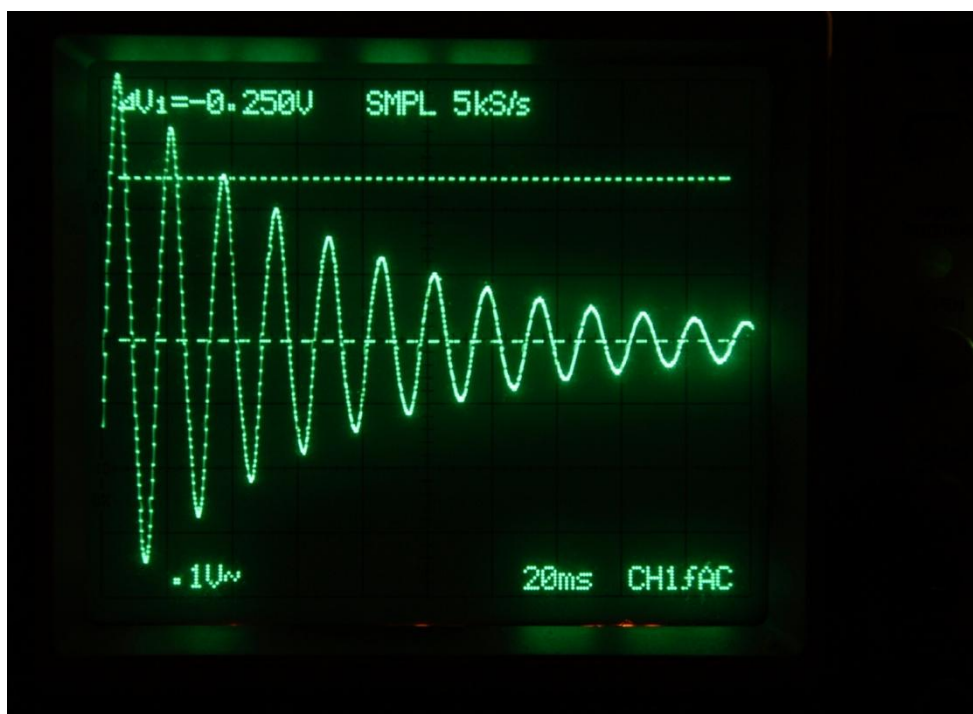
Obr. 3. 4. Blokové schéma zařízení pro měření vnitřního tlumení.



Obr. 3. 5. Mechanická část zařízení pro měření vnitřního tlumení se snímačem.



Obr. 3. 6. Typický průběh tlumeného kmitu.



Obr. 3. 7. Typický průběh tlumeného kmitu  
zobrazený na stínítku paměťového osciloskopu.

Vlastní měření probíhá při konstantní amplitudě výchozích kmitů, které zajišťuje zachování stejných podmínek pro každou skupinu vzorků s různým obsahem plniva. Vyhodnocovány jsou amplitudy tlumených kmitů ve stejné části odezvy a to pro dosažení minimálního rozptylu souboru hodnot z každého měření.

Průběhy tlumených kmitů jsou zobrazeny na stínítku paměťového osciloskopu, odečteny jednotlivé amplitudy a naměřené hodnoty zpracovány výpočtem podle příslušných vztahů.

Pro kmitočet základní frekvence kmitů vetknutého nosníku platí vztah:

$$f = \frac{k_1 k_2}{2\pi l^2} \sqrt{\frac{EI}{bh\rho}} \quad (3. 1)$$

kde E je modul pružnosti v tahu,

$\rho$  specifická hustota materiálu,

I moment setrvačnosti obdélníkového průřezu ( $b \times h$ ),

l délka vzorku,

h tloušťka vzorku,

b šířka vzorku,

$k_1, k_2$  koeficienty pro reálné uspořádání.

### 3. 3. 2 Měřicí metoda

Pro měření v požadovaném oboru nízkých frekvencí (50 – 100 Hz) byla navržena a realizována metoda, kdy je vzorek ve tvaru trámku obdélníkového průřezu (šířky 10 mm, tloušťky 2 mm a délky 100 mm) jednostranně upevněn jako vetknutý nosník. Kmity ve vzorku mohou být vyvozeny mnoha způsoby, např. úderem na volný konec nosníku nebo jeho vychýlením z klidové polohy a následným okamžitým uvolněním. K vyhodnocení průběhu tlumených kmitů je vhodný osciloskop s paměťovou funkcí záznamu průběhu amplitud jednotlivých cyklů tlumených kmitů. Vlastní fotoelektrický snímač tlumených kmitů je tvořen úzkým svazkem světla žárovky zajišťující rovnoměrné osvětlení plošného fotoelektrického prvku pracujícího v režimu změny elektrického odporu závislého lineárně na velikosti jeho osvětlené plochy. Elektrický signál z tohoto snímače přenáší pouze proměnnou složku elektrického proudu. Tato varianta zajišťuje nezávislost signálu na možném kolísání stejnosměrného proudu v měřicím obvodu (vliv teplotních změn, vliv kolísání napětí napájecí baterie).

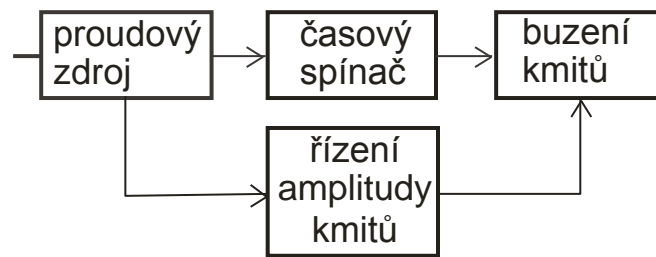
Pro sledování průběhu tlumených kmitů je možno použít kapacitní snímač, elektromagnetický snímač, tenzometrický snímač, fotoelektrický snímač nebo také snímač využívající piezoelektrického jevu – např. piezoelektrické PVDF fólie. Po zvážení možností realizace, výhodách a nevýhodách principů byl zvolen fotoelektrický snímač, který byl shledán jako nejvýhodnější.

### 3. 3. 3 Cyklické namáhání

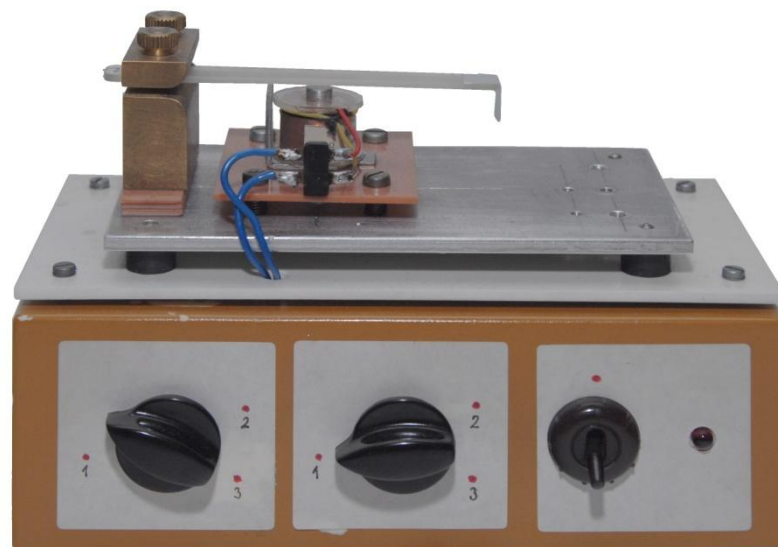
Mezifázové rozhraní mezi matricí a plnivem a jeho charakter má zásadní důležitost pro výsledné parametry kompozitního materiálu. Možnosti analýzy v této oblasti jsou omezené – některé informace mohou poskytnout mikroskopické snímky lomových ploch.

Dlouhodobé cyklické namáhání v řádu  $10^5$  –  $10^6$  cyklů a sledování velikosti vnitřního tlumení v závislosti na počtu cyklů může také přispět k hodnocení poměrů na mezifázovém rozhraní. Porovnáním údajů zjištěných pro materiál bez plniva – tedy čisté vytvrzené a zesíťované pryskyřice – s materiálem kompozitním (vhodného obsahu daného plniva) lze usuzovat na vlastnosti mezifázového rozhraní a jeho dokonalost či kvalitu.

Působení vibrací na kompozitní materiály bylo sledováno metodou cyklického namáhání vzorků. K tomuto účelu bylo použito jednoduché uspořádání, ve kterém jsou elastické kmity harmonického charakteru vyvolány ve vzorku působením elektromagnetu na přitmelenou tenkou feromagnetickou fólii. Elektromagnet je napájen střídavým proudem nastavitelné velikosti. Vzorek materiálu je jednostranně upevněn v kovovém držáku. Počet cyklů je omezen dobou působení napájecího proudu, jehož frekvence je 50 Hz.



Obr. 3. 8. Blokové schéma přípravku pro cyklické namáhání vzorků.



Obr. 3. 9. Přípravek pro cyklické namáhání vzorků.

### 3. 3. 3 Podmínky měření

Měření probíhala při laboratorní teplotě cca 22°C a atmosférickém tlaku. Konstantní počáteční amplituda kmitů daná mezivrcholovou výchylkou konců vzorků byla 3 mm. Frekvence závislá na složení vzorků se pohybovala v rozmezí 50 Hz až 100 Hz.

Měření vnitřního tlumení by mělo být prováděno ve vakuu, protože přídavný útlum při kmitání vzorků ve vzduchu nemá zanedbatelný vliv na číselné výsledky.

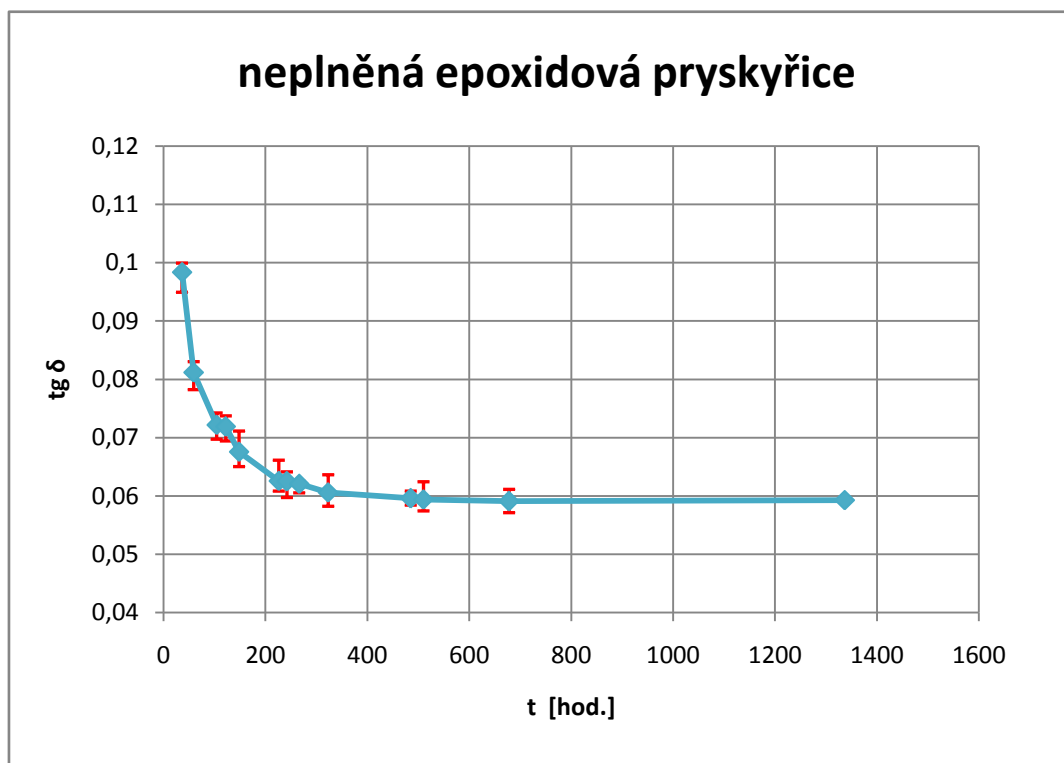
Pokud jsou číselné hodnoty užity k porovnání vlivu obsahu a druhu plniv – tedy jako relativní – potom lze tuto skutečnost při dostatečné citlivosti a rozlišovací schopnosti metody pominout.

### 3. 4 Hodnocení vnitřního tlumení a morfologie kompozitních systémů

#### 3. 4. 1 Vnitřní tlumení neplněné epoxidové pryskyřice

Epoxidové pryskyřice vykazují po vytvrzení postupný nárůst pevnosti v tahu a modulu pružnosti a to v delším časovém intervalu řádu stovek hodin. Použitá licí epoxidová pryskyřice vykazuje časovou závislost nárůstu mechanické pevnosti způsobenou zřejmě dvěma mechanismy: chemickou reakcí mezi pryskyřicí a tvrdidlem a následným navazujícím procesem zesíťování, který probíhá dlouhodobě. Změny struktury takového polymeru je možné pozorovat také na časové změně hodnot ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$ , která v čase po vytvrzení exponenciálně klesá a dosahuje stálých hodnot po cca 500 hodinách (cca po 20 dnech) při běžných laboratorních teplotách v okolí 20°C.

Tato skutečnost, experimentálně zjištěná – viz obr. 3. 10, je dokladem o probíhajících změnách na molekulární úrovni. Obdobné změny hodnot vnitřního tlumení je možné pozorovat i u kompozitních materiálů vytvořených na bázi této licí pryskyřice a různých druhů plniva. Údaje o časové závislosti klesající velikosti vnitřního tlumení reprezentované měřením  $\text{tg } \delta$  jsou uvedeny v této kapitole a to pro časový interval 0 až 60 dní po vlastním vytvrzení.



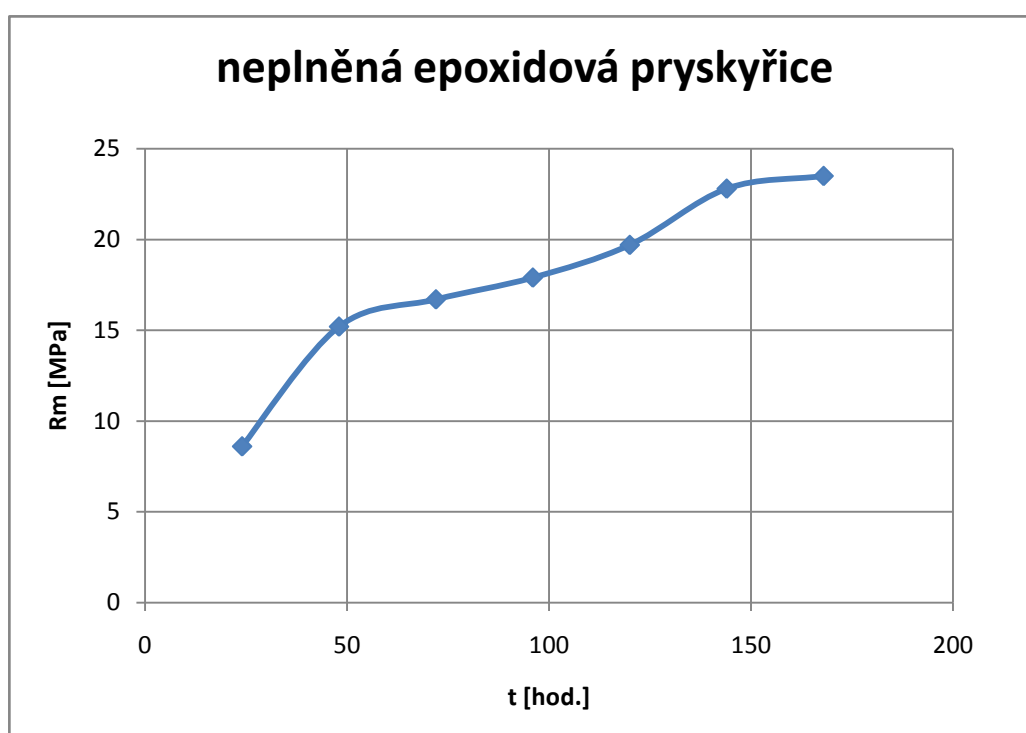
Obr. 3 10. Graf závislosti ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na době vytvrzování typické licí neplněné epoxidové pryskyřice ChS-Epoxy 371.



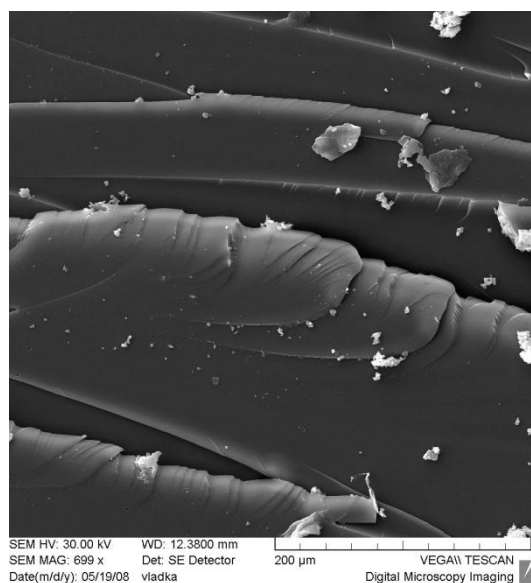
Z uvedeného poznatku zároveň vyplývá, že při sledování vnitřního tlumení je třeba tuto časovou závislost respektovat. Naměřené hodnoty jsou dále použity jako referenční pro kompozitní materiály s různými druhy plniva a stupněm plnění.

Tato zjištění se týkají materiálů, které nebyly po vytvrzení podrobeny temperování při zvýšených teplotách, kdy řada vnitřních procesů probíhá rychleji a někdy zřejmě odlišným mechanismem.

Podobně se chová i mechanická pevnost, která s časem exponenciálně stoupá do prakticky konečné hodnoty. Údaje o této závislosti růstu mechanické pevnosti v kratším časovém intervalu (cca 10 dní) byly sledovány a popsány v disertační práci [27] - viz obr. 3. 11 převzatý z citované disertační práce.



Obr. 3. 11. Graf závislosti růstu meze pevnosti v tahu neplněné epoxidové pryskyřice v čase [27].



Obr. 3. 12. Lomová plocha vytvrzené neplněné epoxidové pryskyřice.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Na obr. 3. 12 je uvedena lomová plocha vytvrzené neplněné epoxidové pryskyřice ChS-Epoxy 371, která byla použita pro přípravu všech dále popsaných kompozitních systémů. Lomové plochy vzorku jsou hladké, na povrchu jsou patrné pouze prachové částice.

### 3. 4. 2 Vnitřní tlumení vybraných kompozitních systémů

Pro studium problematiky vnitřního tlumení v kompozitních materiálech bylo vybráno 18 druhů částicových plniv a 3 druhy vláknových plniv vzájemně se lišících chemickým složením, hustotou, tvarem a velikostí částic. Byla použita dostupná plniva technických čistot, makroskopických i ultramikroskopických rozměrů.

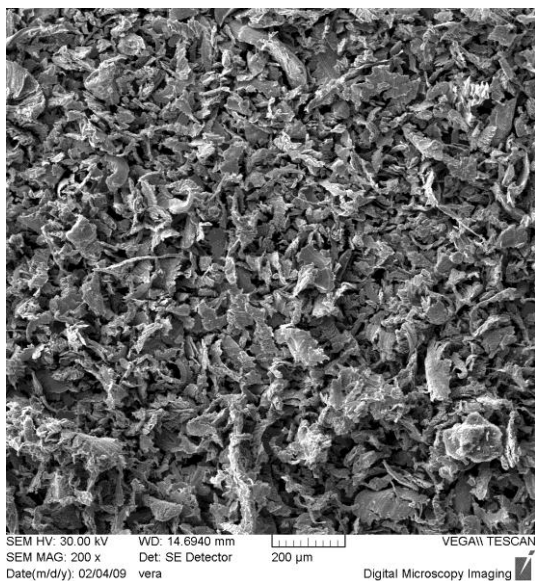
Pro jednotlivé kompozitní systémy jsou uvedeny základní charakteristiky použitého plniva, přehledové mikroskopické snímky s popisy použitých plniv, graf závislosti ztrátového činitele  $\tan \delta$  na obsahu použitých plniv a mikroskopické snímky lomových ploch pro zvolená plnění, jejich popis a hodnocení, u vybraných částic plniva nebo kompozitních vzorků prvkové analýzy.

### 3. 4. 2. 1 Epoxidová pryskyřice – částice litiny s lupínkovým grafitem

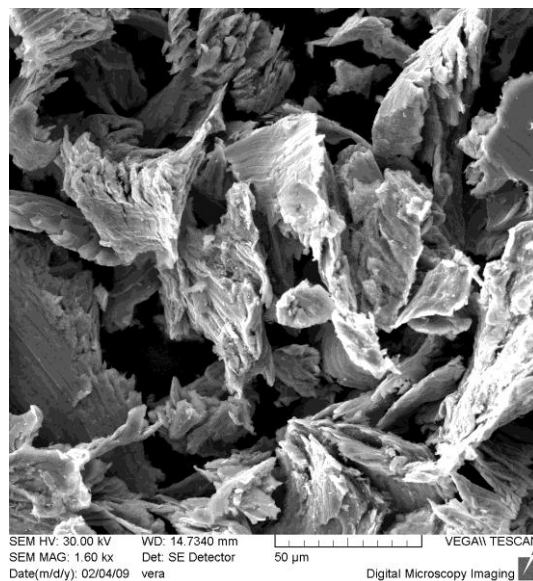
Částice litiny s lupínkovým grafitem byly vybrány jako plnivo s vyšší hustotou a zároveň jako odpadní materiál, který vzniká při závěrečném opracování odlitků. Vznikající částice mají nepravidelný tvar. Použití částic tohoto typu jako plniva kompozitních systémů není obvyklé.

Tabulka 3. 3 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
litina s lupínkovým grafitem	95% Fe 3% C 2% Si	7,8	nepravidelné ostrohranné částice	částice 50 – 200 μm



a)



b)

Obr. 3. 13. Částice litiny s lupínkovým grafitem.

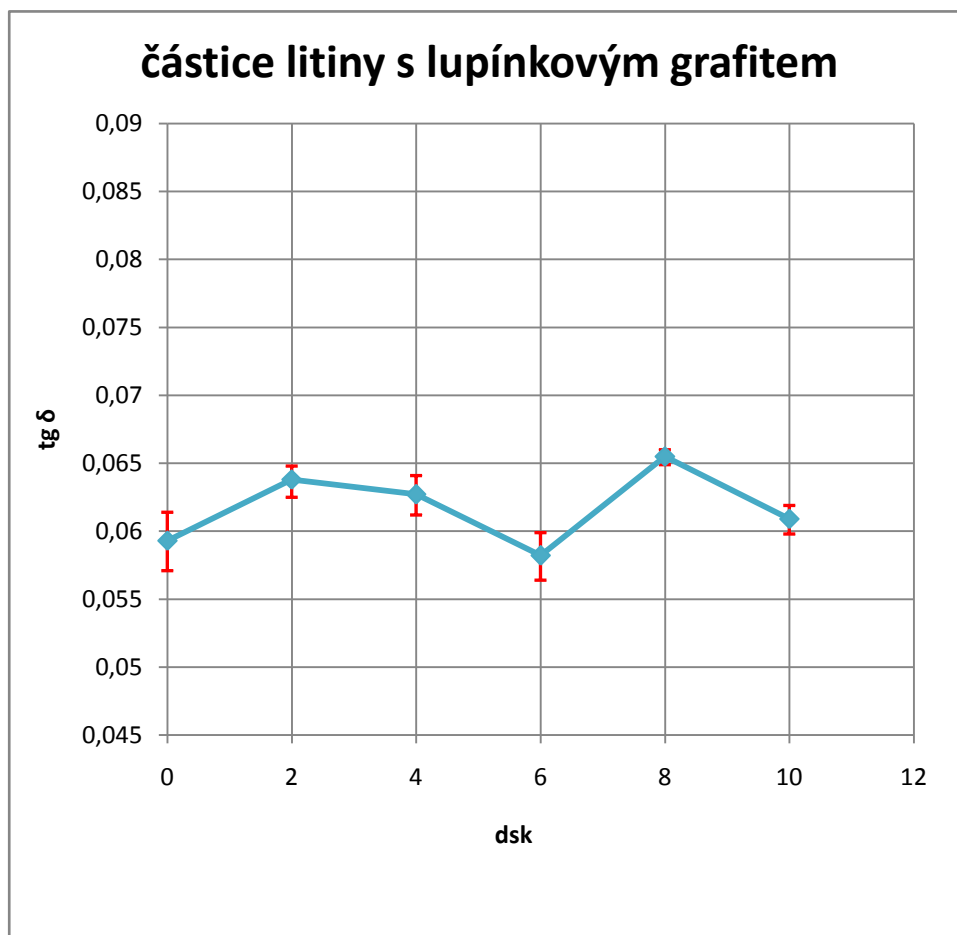
a) Rozdělení velikostí částic plniva – přehledový snímek.

b) Povrch částic plniva – detailní snímek.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

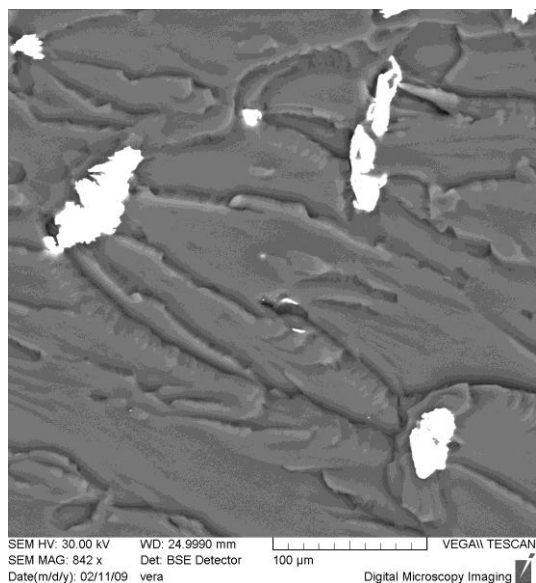
Z obr. 3. 13 a) je patrné rozdělení velikostí použitých částic a jejich nepravidelný tvar. Povrch částic je zvrásněný a souvisí se způsobem jejich přípravy broušením – obr. 3. 13 b).

Nepravidelnost, ostrohrannost a charakter povrchu byla jedním z požadavků na tvar částic pro hodnocení jejich chování v matrici.

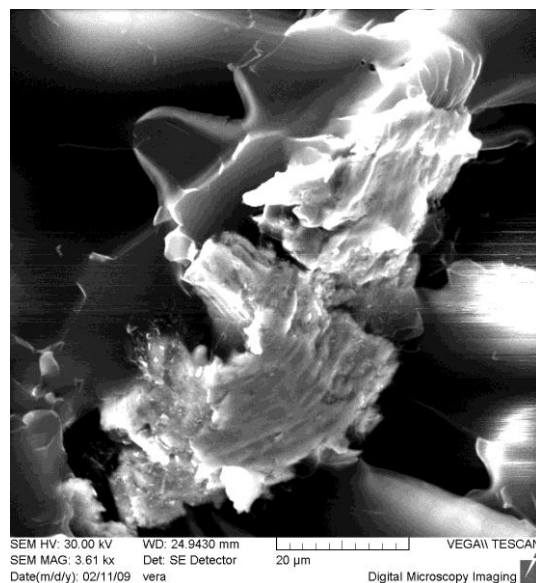


Obr. 3. 14. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic litiny s lupínkovým grafitem v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 14 je patrná souvislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  s obsahem plniva. Rozbor charakteru této závislosti je nesnadný, protože vliv částic na tlumení při různém stupni plnění souvisí s jejich tvarem (částice plniva ale není možné jednoznačně geometricky definovat), obsahem a rozložením v matrici.



a)



b)

Obr. 3. 15. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi litiny s lupínkovým grafitem.

Obsah plniva 4 dsk. a) Přehledový snímek lomové plochy – zobrazení vytvořeno pomocí zpětně odražených elektronů. b) Částice plniva v polymerní matrici – detailní snímek, zobrazení vytvořeno pomocí sekundárních elektronů  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

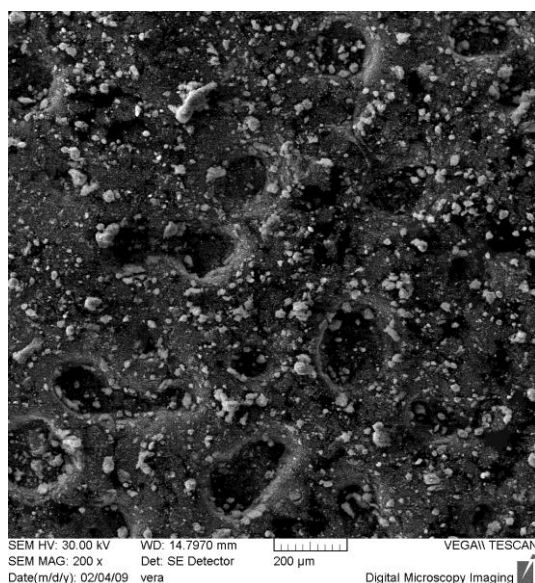
Z obr. 3. 15 jsou patrné částice litiny. Vzhledem k tomu, že rozložení částic v matrici nebylo dostatečně viditelné, bylo nutné k jejich určení použít detektoru zpětně odražených elektronů. Pozorovaná částice je matricí obklopena poměrně dobře bez větších viditelných volných objemů na mezifázových rozhraních. Ze snímku je zřejmý nepravidelný tvar a členitost povrchu částice plniva.

### 3. 4. 2. 2 Epoxidová pryskyřice – částice oxidu železitého

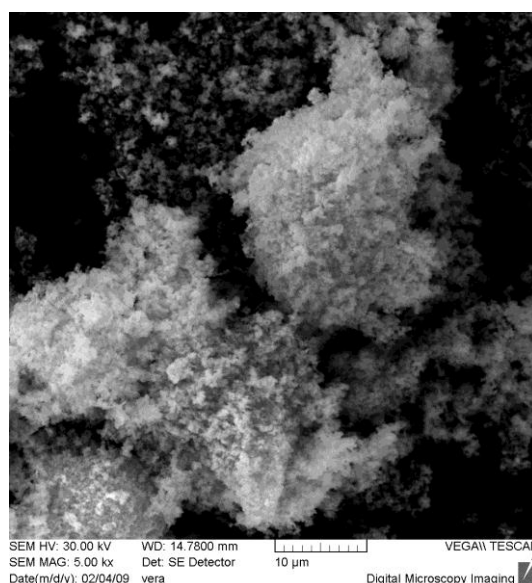
Oxid železitý je komerční běžně používaný produkt. Tento materiál byl vybrán jako plnivo se střední hustotou, malými rozměry částic a dobrou dispergovatelností v polymerních systémech.

Tabulka 3. 4 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
oxid železitý	97 % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 2 % TiO <sub>2</sub>	5,2	agregáty z kulovitých částic	agregáty 20 – 80 μm částice < 1 μm



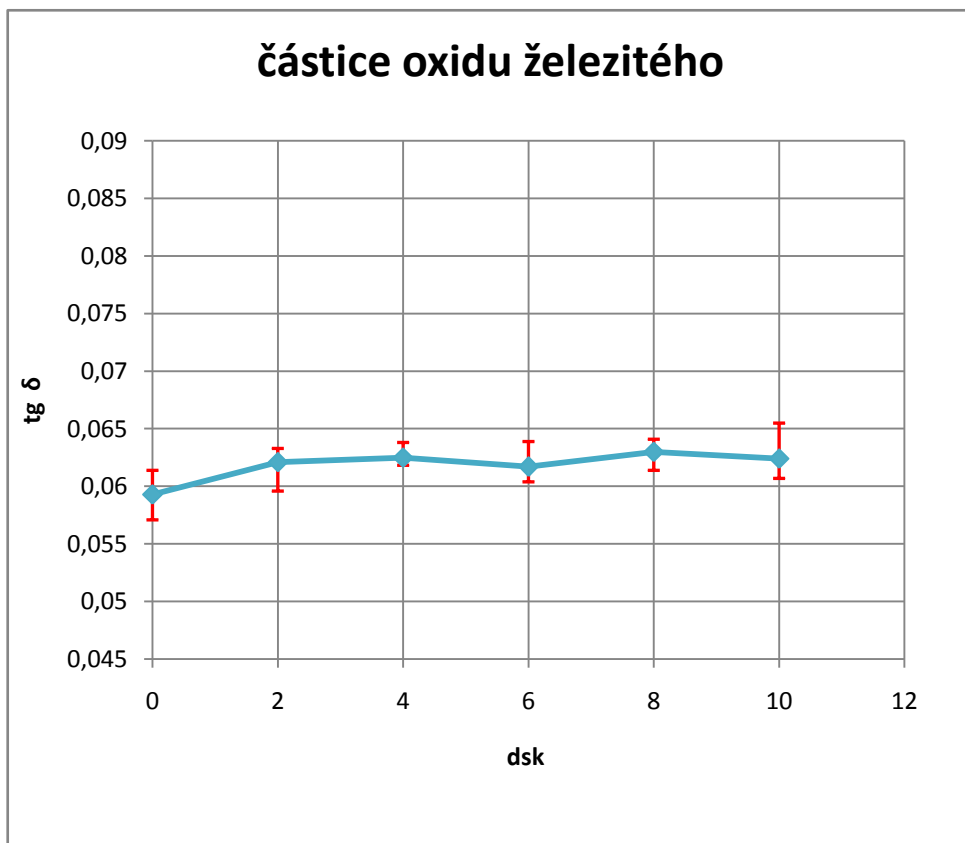
a)



b)

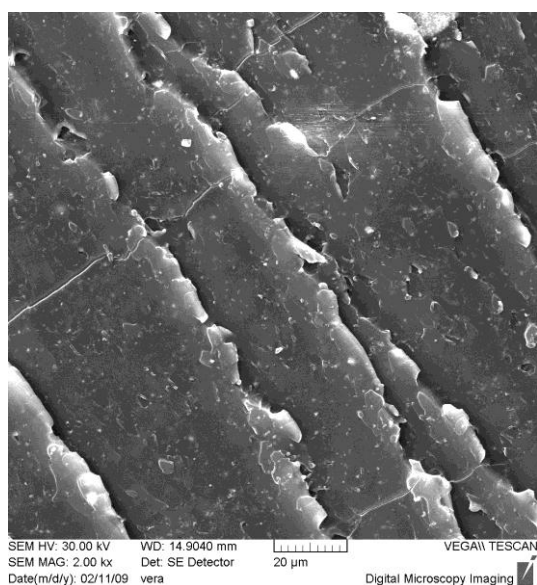
Obr. 3. 16. Částice oxidu železitého.  
a) Agregáty oxidu železitého – přehledový snímek.  
b) Detailní snímek rozrušeného agregátu.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 16 a) je patrné, že částice oxidu železitého vytváří větší nebo menší agregáty s rozměry, které se pohybují v rozmezí 20  $\mu\text{m}$  až 80  $\mu\text{m}$ . Agregáty se snadno rozpadají na menší útvary – viz obr. 3. 16 b). Velikost jednotlivých částic je menší než 1  $\mu\text{m}$ .

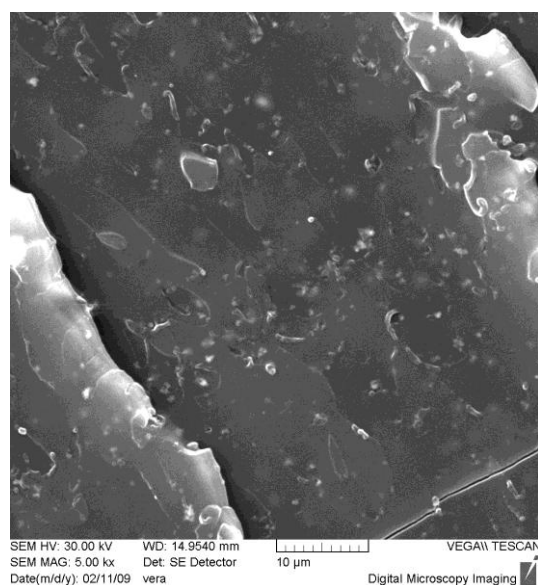


Obr. 3. 17. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic oxidu železitého v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 17 je patrný mírný nárůst hodnot ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  v závislosti na obsahu plniva v polymerní matrici. Rovnoměrně rozmístěné a zakotvené částice jsou při vibracích unášeny polymerní matricí a nepřispívají k růstu tlumení. Hodnota ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  je zvýšena maximálně o 5 % oproti neplněné pryskyřici.



a)



b)

Obr. 3. 18. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi oxidu železitého.

Obsah plniva 4 dsk. a) Přehledový snímek lomové plochy.

b) Detailní snímek uložení částic v polymerní matrici.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 18 a, b) je velmi dobře patrná lomová plocha epoxidové pryskyřice s homogenně rozmístěnými částicemi oxidu železitého. Nejsou zde zřejmé žádné agregáty, plnivo je dobře dispergované. Částice jsou v matrici dobře ukotveny, mezifázovou adhezi je možné považovat za dobrou.

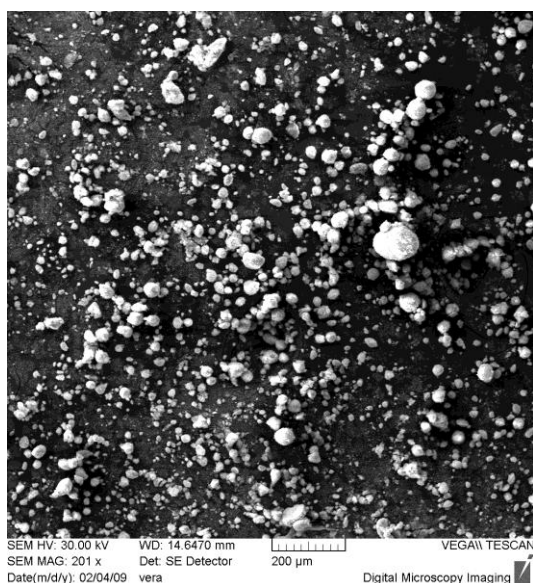


### 3. 4. 2. 3 Epoxidová pryskyřice – částice oxidu titaničitého

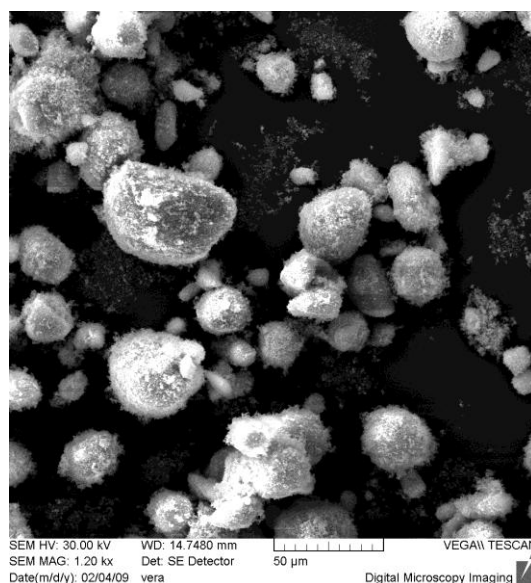
Oxid titaničitý (titanová běloba) patří mezi komerční, běžně používaný produkt, který se používá především pro svoji vynikající schopnost dispergace při přípravě nátěrových barev. Tento materiál byl vybrán jako často používané plnivo se střední hustotou a malými sférickými částicemi.

Tabulka 3. 5 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	Složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
oxid titaničitý	92% TiO <sub>2</sub> , 4% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 3% SiO <sub>2</sub> , 1% ZrO <sub>2</sub>	4,2	agregáty z kulovitých částic	agregáty 20 – 100 μm částice < 1 μm



a)



b)

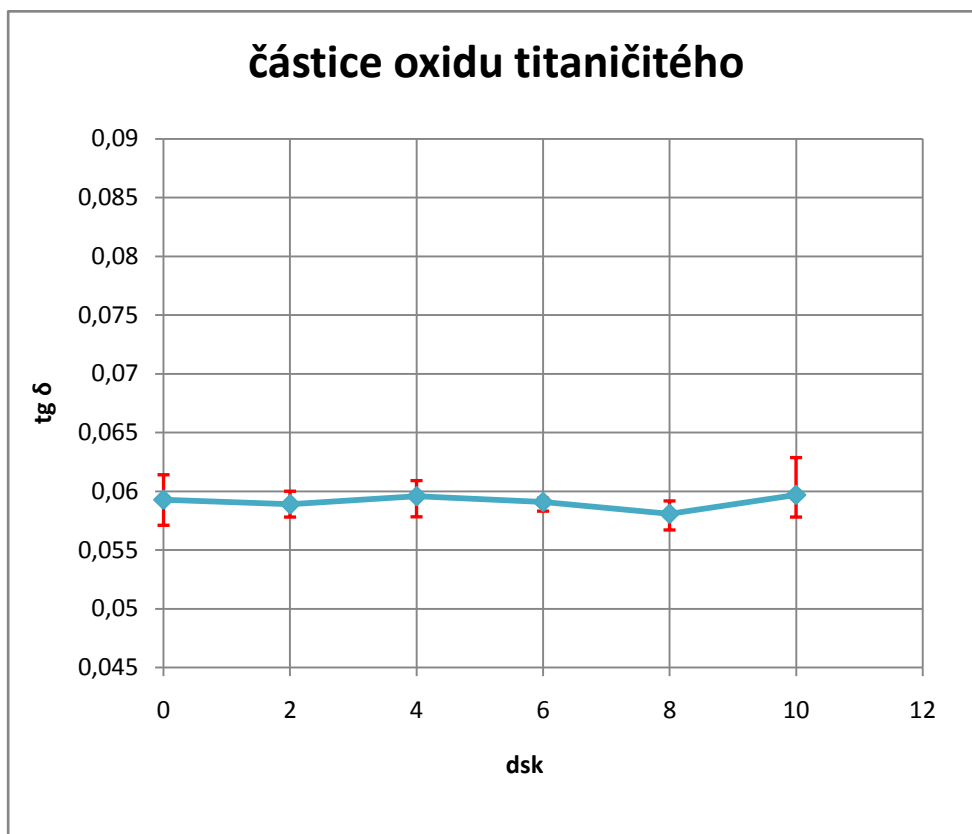
Obr. 3. 19. Částice oxidu titaničitého.

a) Rozložení velikostí agregátů plniva – přehledový snímek.

b) Charakter povrchu jednotlivých agregátů.

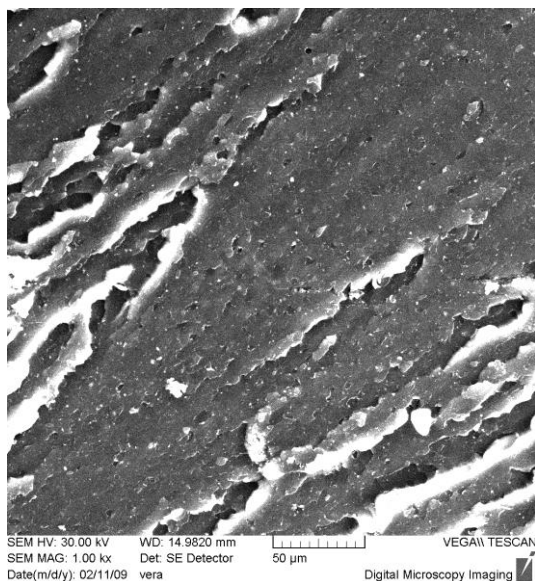
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Obr. 3. 19 a) představuje agregáty plniva s rozměry, které se pohybují v rozmezí 20  $\mu\text{m}$  až 100  $\mu\text{m}$ . Agregáty, jejichž povrch není hladký, se snadno rozpadají na menší útvary – viz obr. 3. 19 b). Velikost samotných částic se blíží 1  $\mu\text{m}$ .

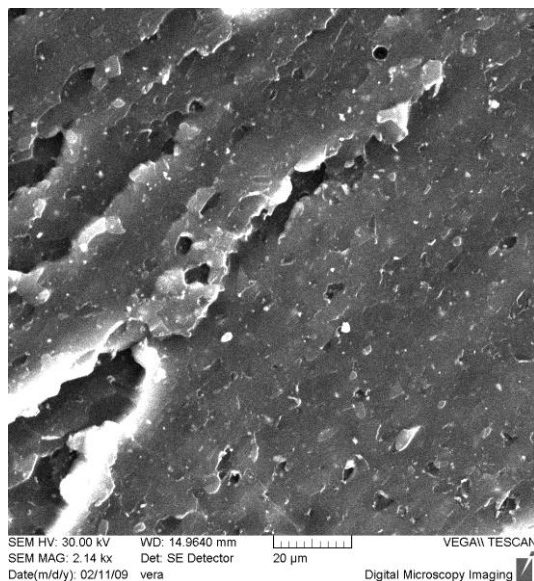


Obr. 3. 20. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic oxidu titaničitého v základní epoxidové matrici.

Graf obr. 3. 20 dokládá, že není patrný žádný nárůst hodnot ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  v závislosti na obsahu tohoto plniva. Rovnoměrně rozmístěné a zakotvené částice jsou při vibracích unášeny polymerní matricí a nepřispívají k růstu tlumení.



a)



b)

Obr. 3. 21. a, b) Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi oxidu titaničitého. Obsah plniva 4 dsk.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 21 a, b) je dobře viditelná lomová plocha epoxidové pryskyřice s homogenně rozmístěnými částicemi oxidu titaničitého. Nejsou zde patrné žádné původní kulovité agregáty, plnivo je dobře dispergované. Ukotvení malých částic v matrici je dobré.

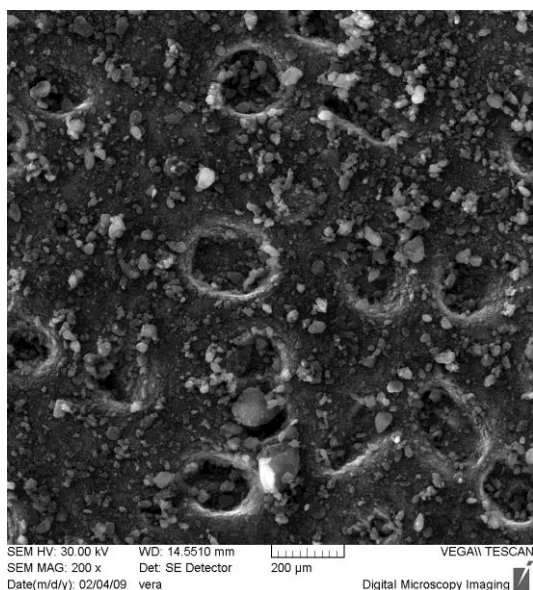
### 3. 4. 2. 4 Epoxidová pryskyřice – částice pyrogenního amorfního oxidu křemičitého

Pyrogenní amorfni oxid křemičitý, známý také pod označením silika, byl použit jako materiál vykazující nanometrové rozměry primárních částic. Částice se snadno seskupují do větších shluků – aglomerátů a agregátů. Charakteristickým parametrem pyrogenního amorfního oxidu křemičitého je jeho velký měrný povrch dosahující až 480 m<sup>2</sup>/g. Toto plnivo má již řadu úspěšných průmyslových aplikací.

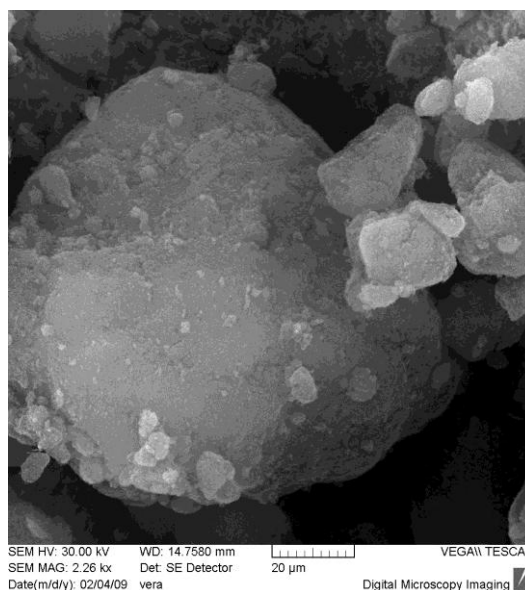
Tabulka 3. 6 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
pyrogenní amorfni oxid křemičitý	99,8 % SiO <sub>2</sub>	2,2*	agregáty z kulovitých částic	agregáty 20 – 100 μm primární částice 10 – 40 nm

\* hustota kompaktního materiálu



a)



b)

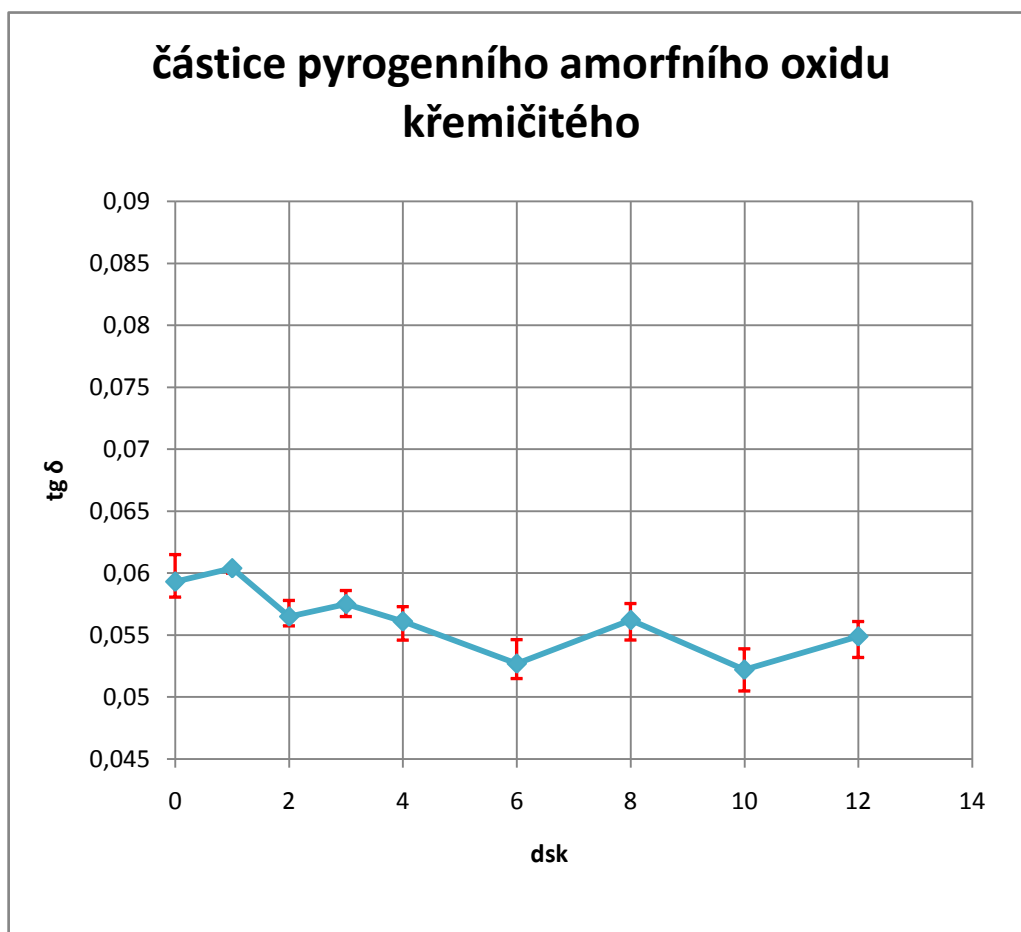
Obr. 3. 22. Agregáty pyrogenního amorfního oxidu křemičitého.

a) Velikosti agregátů – přehledový snímek.

b) Povrch agregátu – detailní snímek.

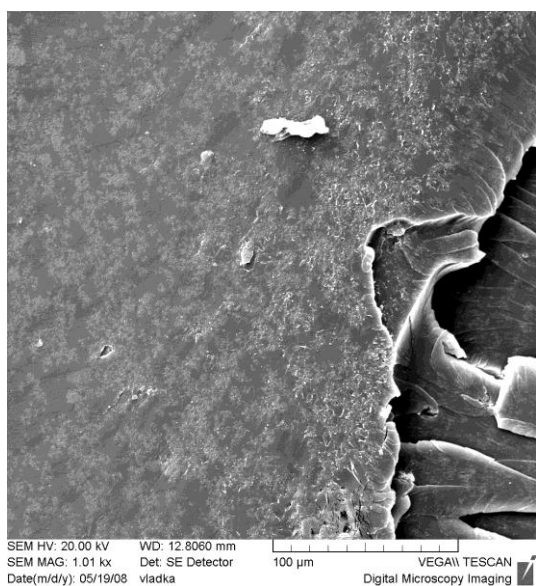
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Na obr. 3. 22 a) je patrné rozložení velikosti části agregátů pyrogenního amorfního oxidu křemičitého s rozměry v rozsahu 20  $\mu\text{m}$  až 100  $\mu\text{m}$ . Agregáty jsou tvořeny shluky primárních částic oxidu křemičitého nanometrových rozměrů – obr. 3. 22 b). Při použitím zvětšení není možné vidět primární nanočástice oxidu křemičitého.

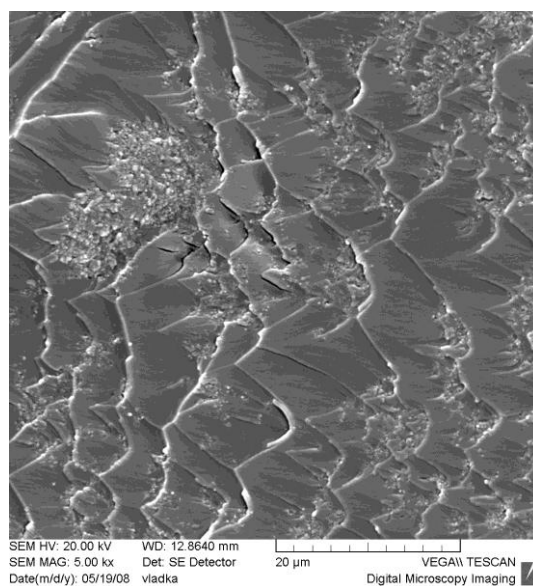


Obr. 3. 23. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic pyrogenního amorfního oxidu křemičitého v základní epoxidové matrici.

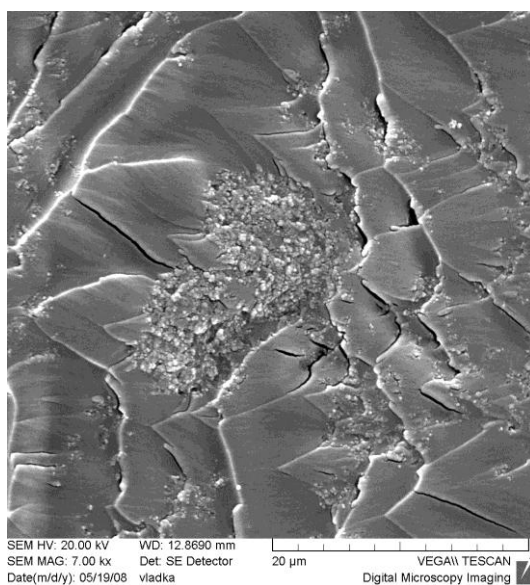
Z grafu obr. 3. 23 je patrný postupný pokles hodnot ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  v závislosti na stupni plnění polymerní matrice. Charakter závislosti není monotónní, ale souvisí s vlivem rozložení částic v matrici. Částice s velkým měrným povrchem a nízkou hustotou jsou v matrici zakotveny dobře, imobilizují část polymerní matrice, zpevňují strukturu kompozitu a tlumení klesá.



a)



b)



c)

Obr. 3. 24. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice se shluky částic pyrogenního amorfního oxidu křemičitého. Obsah plniva 6 dsk.

a, b) Přehledový snímek lomové plochy. c) Detailní snímek lomové plochy s patrnými skupinami částic plniva.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

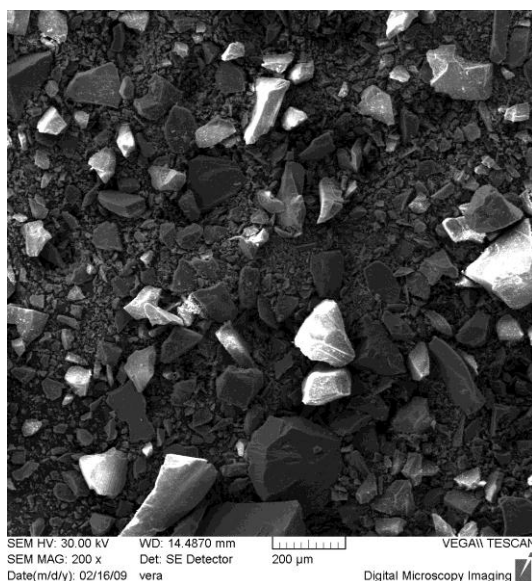
Z obr. 3. 24 a, b) je dobře patrné rozložení skupin částic pyrogenního amorfního oxidu křemičitého v polymerní matrici. Nejsou zde vidět kulovité agregáty, ale shluky částic – viz obr. 3. 24 c), které jsou uloženy v okolním polymeru. Na některých místech je viditelná jejich vyšší koncentrace. Adhezi mezi plnivem a polymerem na mezifázovém rozhraní lze považovat za dobrou. Na snímku není možné pozorovat jednotlivé nanočástice oxidu křemičitého.

### 3. 4. 2. 5 Epoxidová pryskyřice – částice drceného křemene

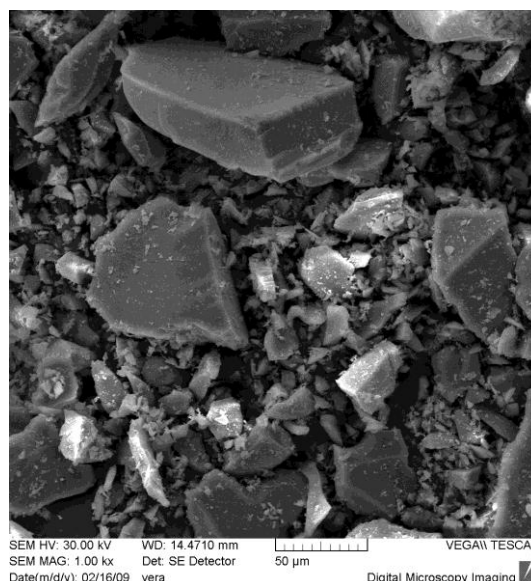
Krystalický křemen má stejné složení a hustotu jako pyrogenní amorfni oxid křemičitý. Částice byly získány rozdrčením monokrystalu křemene. Materiál vykazuje piezoelektrické vlastnosti a není obvyklým plnivem kompozitních systémů.

Tabulka 3. 7 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
drcený křemen	99,99% SiO <sub>2</sub>	2,2	nepravidelné ostrohranné částice	částice 20 – 250 μm



a)



b)

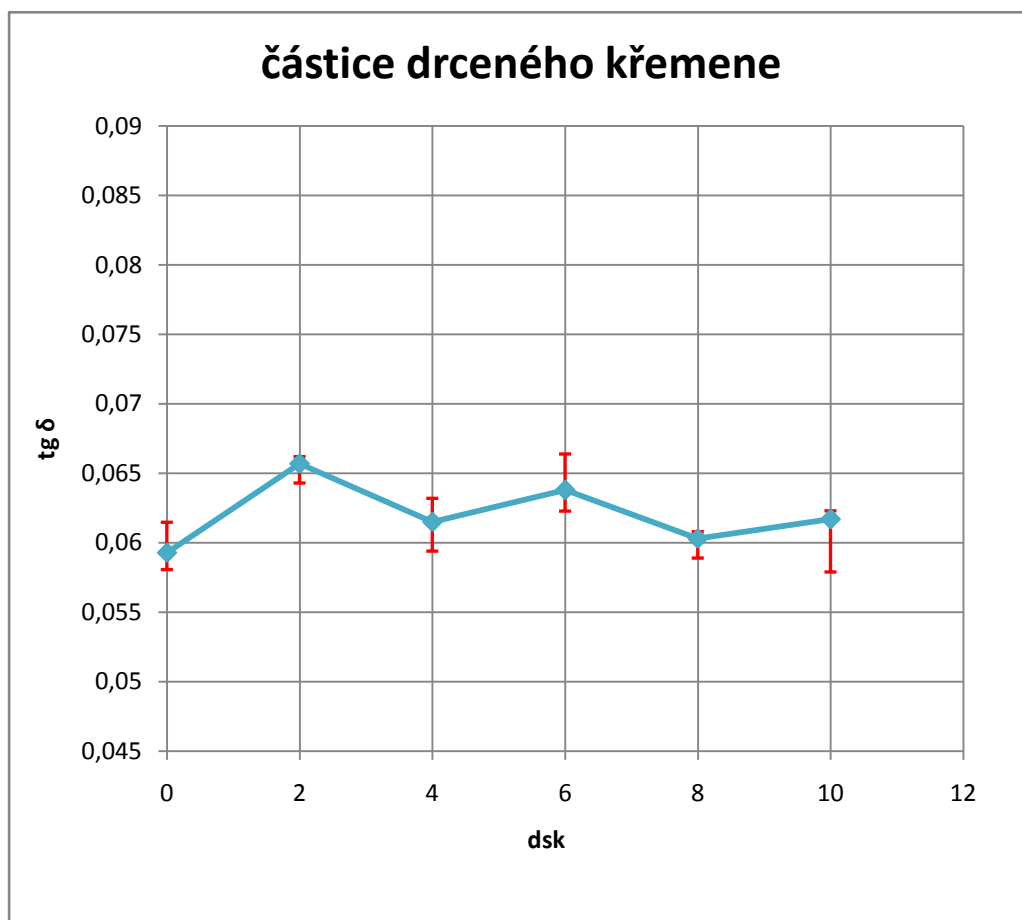
Obr. 3. 25. Částice drceného křemene.

a) Částice plniva – přehledový snímek.

b) Detailní snímek nepravidelných ostrohranných částic.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 25 a) je patrné rozložení velikostí částic tohoto plniva. Tvar částic – viz obr. 3. 25 b) je nepravidelný, ostrohranný, velikost se pohybuje v rozmezí 20 μm až 200 μm. Povrch je hladký, při větším zvětšení jsou na něm viditelné zbytkové částice vzniklé při drcení.

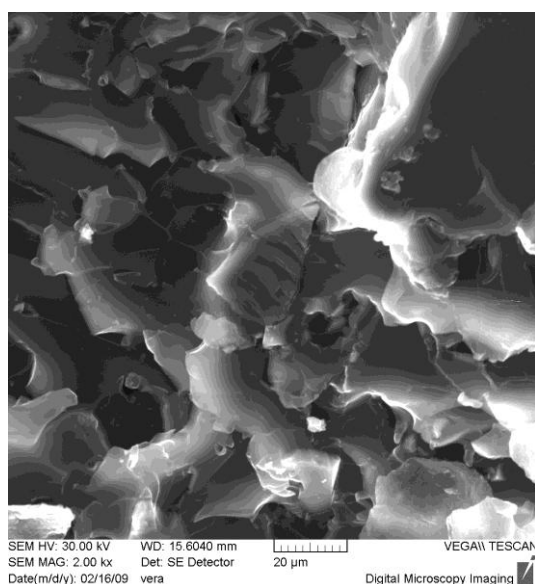


Obr. 3. 26. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic drceného křemene v základní epoxidové matrici.

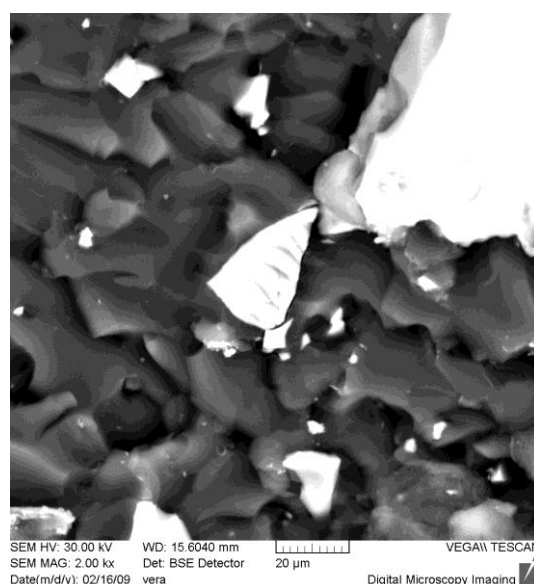
Z grafu obr. 3. 26 je zřejmá závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic křemene v základní epoxidové matrici. Průběh této závislosti na obsahu plniva je specifický, zřejmě mají vliv jeho piezoelektrické vlastnosti.

Vliv piezoelektrických vlastností na chování plniva, sledovaný ve světové odborné literatuře na keramických piezoelektrických látkách, může přinést zajímavé poznatky [23].

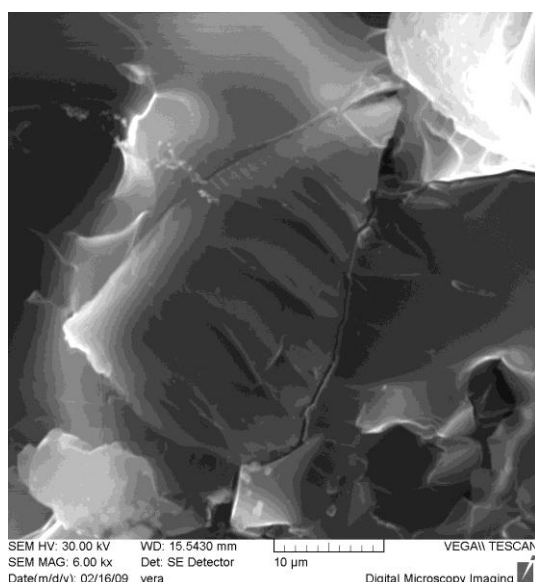




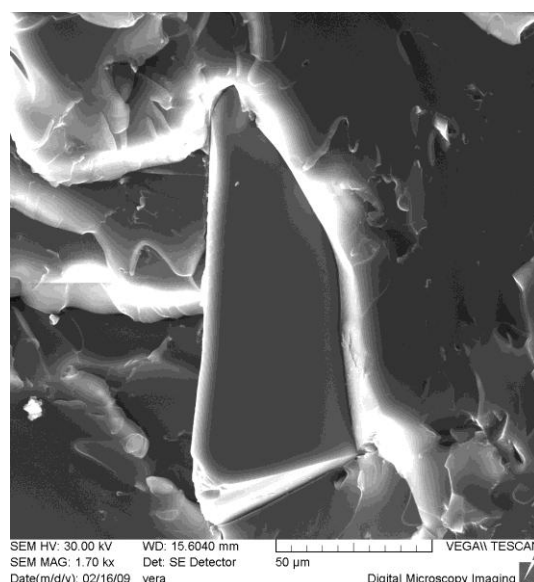
a)



b)



c)



d)

Obr. 3. 27. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi drceného křemene. Obsah plniva 6 dsk. a) Přehledový snímek lomové plochy – zobrazení vytvořeno pomocí sekundárních elektronů. b) Přehledový snímek lomové plochy – zobrazení vytvořeno pomocí zpětně odražených elektronů. c, d) Detailní snímky částic křemene v polymerní matrici. Rastrovací elektronová mikroskopie.

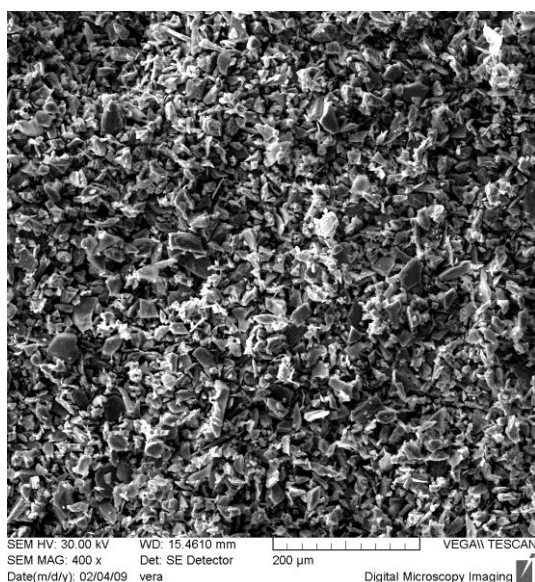
Z obr. 3. 27 a, b) je zřejmé, že viditelnost částic plniva je na lomové ploše vzorku velmi špatná a proto bylo k jejich identifikaci využito zpětně odražených elektronů. Malé částice jsou obklopeny epoxidovou matricí velmi dobře, větší částice naopak kolem sebe vytváří volné prostory. Na povrchu částic nebyly nalezeny zbytky polymerní matrice. Adhezi mezi plnivem a matricí nelze hodnotit jako dobrou – viz obr. 3. 27 c, d).

### 3. 4. 2. 6 Epoxidová pryskyřice – částice karbidu křemíku

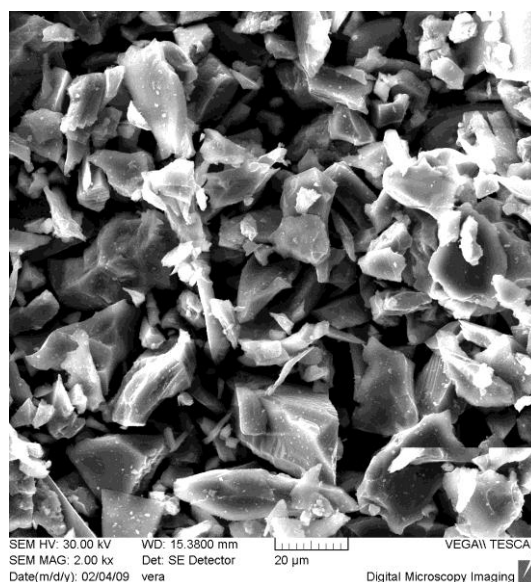
Karbid křemíku je materiál vyznačující se velmi vysokou tvrdostí. Pro účely této studie byl vybrán jako představitel ostrohranných částic střední hustoty, používané jako brusivo.

Tabulka 3. 8 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
karbid křemíku	99,8 % SiC	3,0	nepravidelné ostrohranné částice	částice 20 – 40 μm



a)



b)

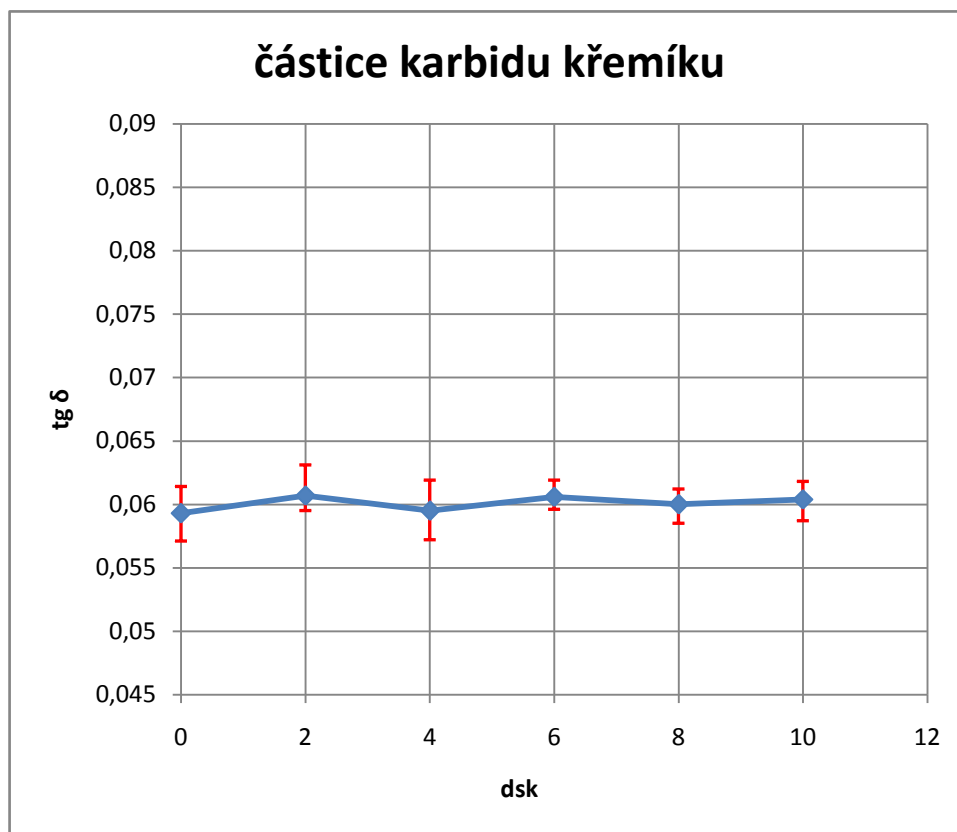
Obr. 3. 28. Částice karbidu křemíku.

a) Přehledový snímek rozložení velikostí částic plniva.

b) Detailní snímek ostrohranných částic.

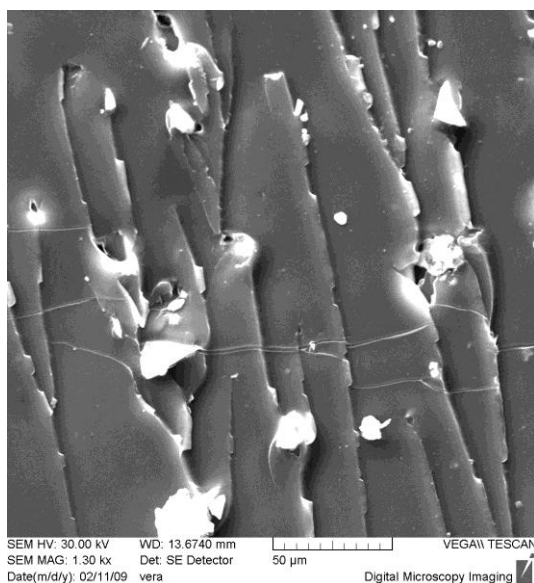
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 28 a, b) je patrný ostrohranný a nepravidelný tvar částic, jejichž rozměry se pohybují mezi 20 až 40 μm. Povrchy částic jsou hladké.

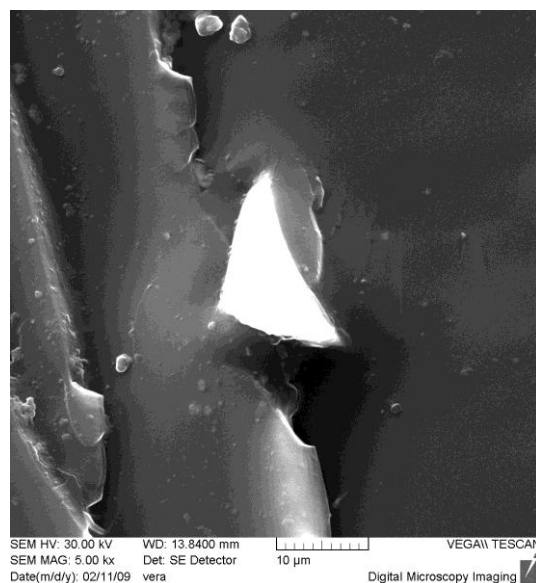


Obr. 3. 29. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic karbidu křemíku v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 29 je patrné, že nedochází ke změně hodnot ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  v závislosti na obsahu plniva v základní polymerní matrici. Zakotvení ostrohranných částic v matrici je dobré – částice se střední hustotou jsou při vibracích unášeny matricí a nepřispívají ke zvýšení ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$ .



a)



b)

Obr. 3. 30. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi karbidu křemíku.

Obsah plniva 6 dsk. a) Přehledový snímek ilustrující rozložení částic plniva v matrici.

b) Detailní snímek ukotvení částice v polymeru.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

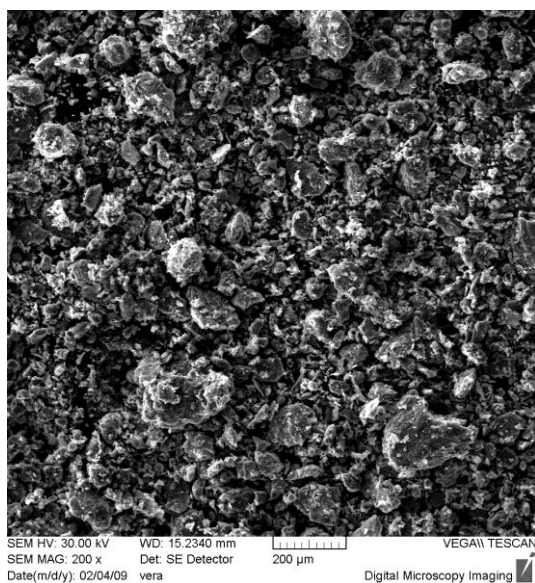
Z obr. 3. 30 a) je patrné rovnoměrné rozložení částic karbidu křemíku v matrici. Částice jsou v polymerní matrici dobře zakotveny – viz obr. 3. 30 b) a adhezi na mezifázovém rozhraní lze považovat za dobrou.

### 3. 4. 2. 7 Epoxidová pryskyřice – částice práškové tuhy

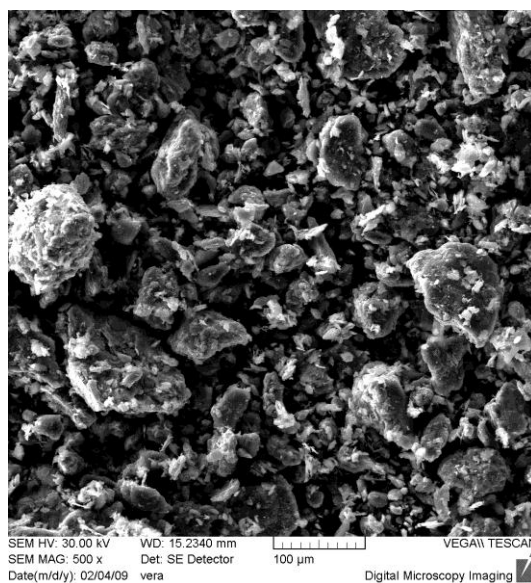
Prášková tuha není obvyklým typem plniva polymerních matric kompozitních systémů. Pro tuto studii byla vybrána jako plnivo přírodního původu s nepravidelným tvarem částic a hrubým povrchem.

Tabulka 3. 9 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
prášková tuha	99% C	2,1 – 2,3	nepravidelné ostrohranné částice	částice 20 – 200 μm



a)



b)

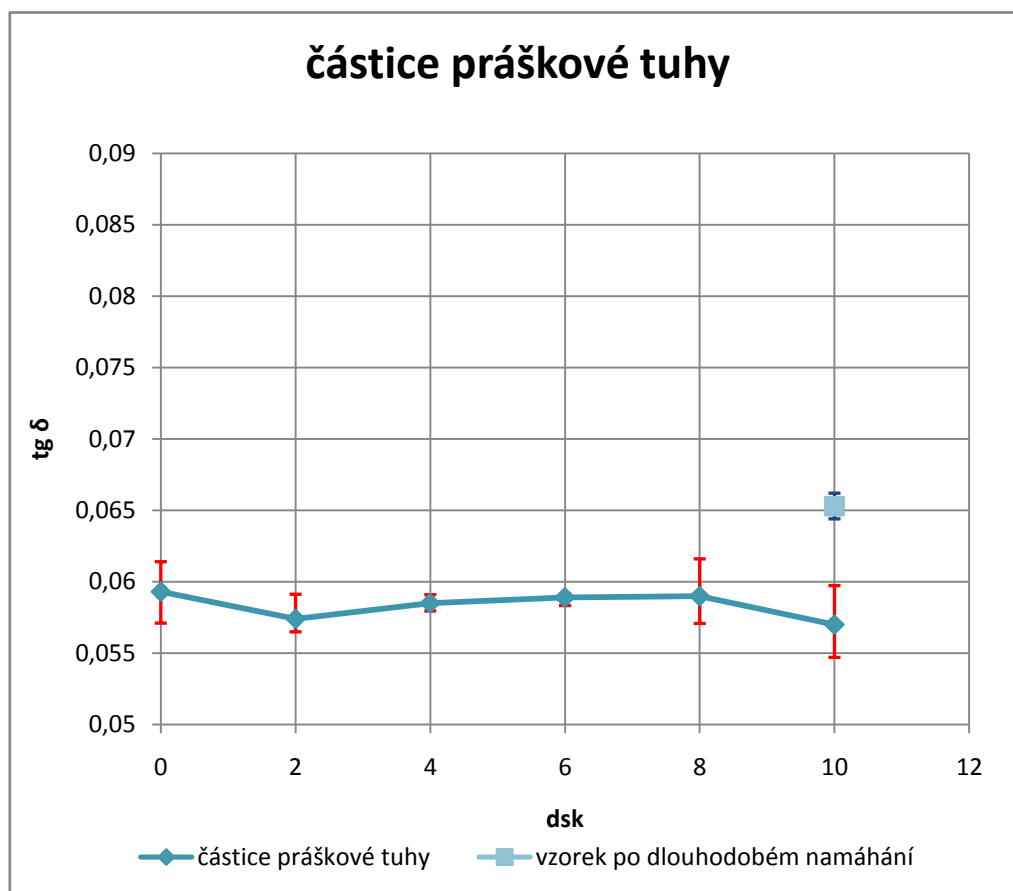
Obr. 3. 31. Částice práškové tuhy.

a) Rozložení velikostí částic plniva – přehledový snímek.

b) Charakter povrchu částic.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

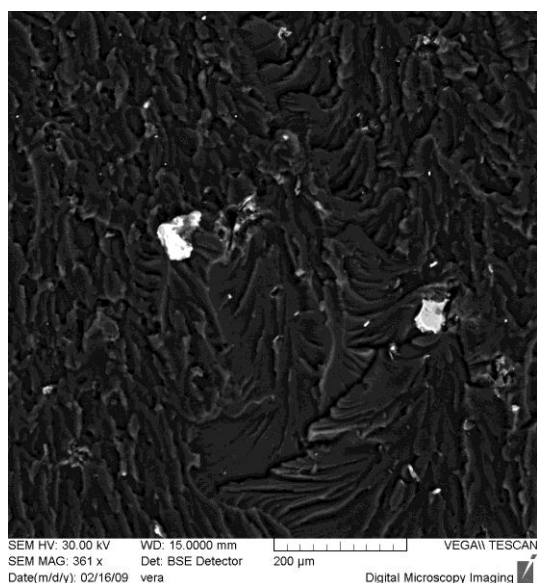
Z obr. 3. 31 a) je patrné rozložení velikostí částic práškové tuhy. Částice jsou nepravidelné a ostrohranné a jejich velikost se pohybuje v rozmezí 20 μm až 200 μm. Povrch je nehomogenní a hrubý – viz obr. 3. 31 b).



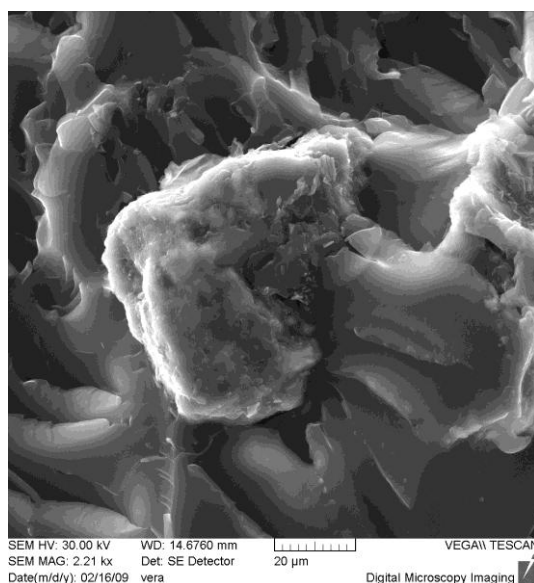
Obr. 3. 32. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic práškové tuhy v základní epoxidové matrici

Z grafu obr. 3. 32 je patrné, že průběh závislosti ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu plniva nevykazuje výrazné změny – s rostoucím obsahem plniva mírně klesá.

Vzorky s obsahem plniva 10 dsk byly podrobeny dlouhodobému cyklickému namáhání ( $6 \cdot 10^6$  cyklů) při elastických deformacích. Zvýšení ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  o 15 % je důsledkem změn ve struktuře plniva a vlastností mezifázového rozhraní.



a)



b)

Obr. 3. 33. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi práškové tuhy. Obsah plniva 4 dsk. a) Snímek lomové plochy zobrazený pomocí zpětně odražených elektronů. b) Ukotvení částice plniva v polymerní matici.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

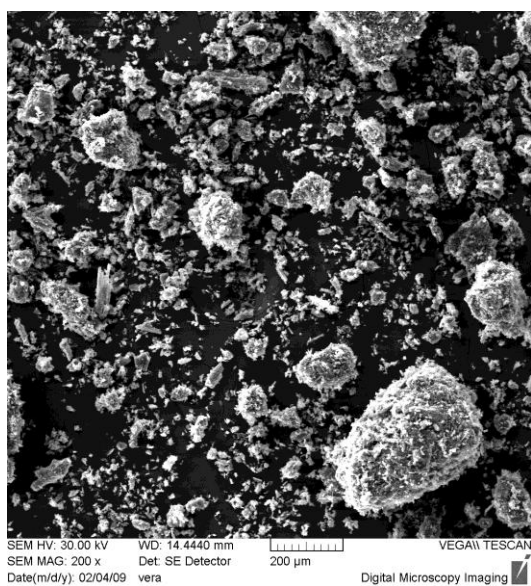
Viditelnost částic tuhy na lomové ploše vzorku obr. 3. 33 a) je velmi špatná a proto bylo k identifikaci částic v polymeru využito zpětně odražených elektronů. Z obr. 3. 33 b) je patrné, že částice jsou obklopeny epoxidovou maticí velmi dobře, na mezifázovém rozhraní nejsou patrné volné objemy. Adhezi mezi plnivem a maticí je možné považovat za dobrou.

### 3. 4. 2. 8 Epoxidová pryskyřice – částice aktivního uhlí

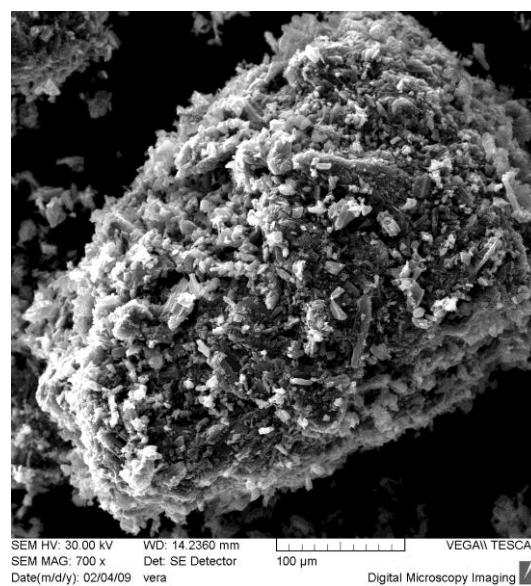
Aktivní uhlí je materiál s velkým měrným povrchem dosahujícím 800 až 1200 m<sup>2</sup>/g a značnou adsorpční schopností, který je ideální pro zachycování nebo oddělování různých plyných nebo kapalných látek. Tento druh plniva byl vybrán zejména pro charakter povrchu částic.

Tabulka 3. 10 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
aktivní uhlí	99,9 % C	1,2	agregáty z nepravidelných částic	agregáty 100 – 200 μm částice 10 – 30 μm



a)

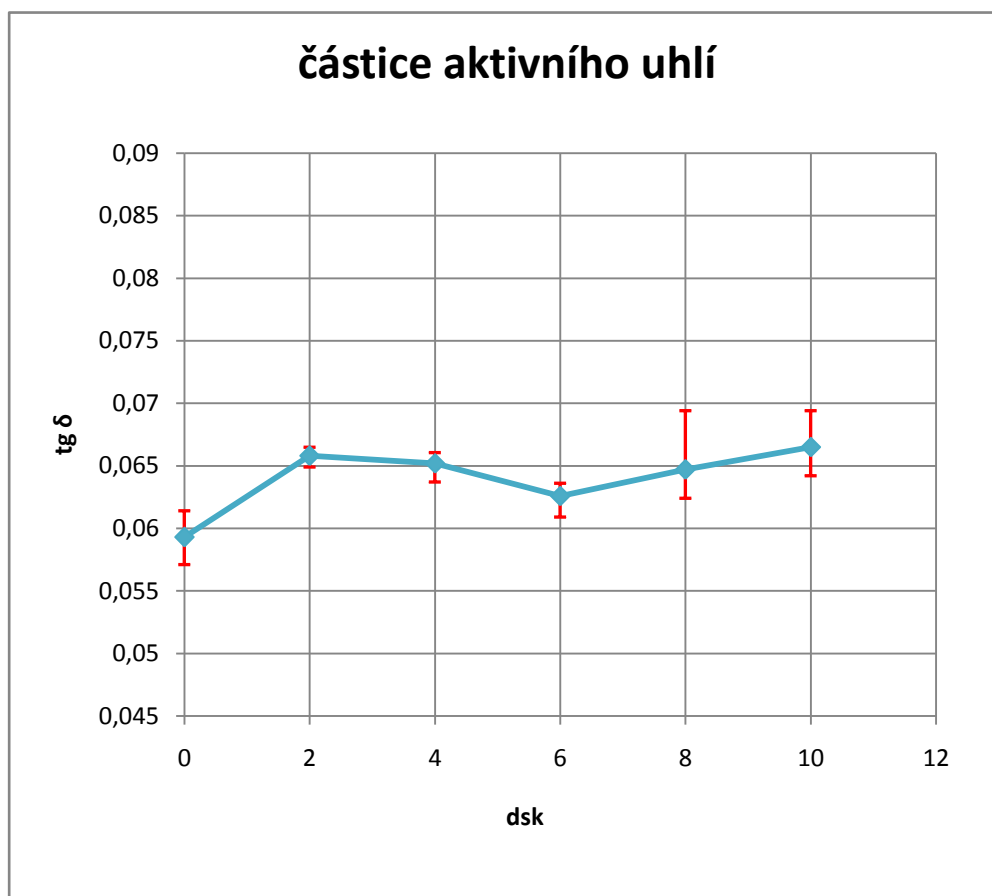


b)

Obr. 3. 34. Částice aktivního uhlí.  
a) Částice aktivního uhlí – přehledový snímek.  
b) Povrch agregátu aktivního uhlí.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

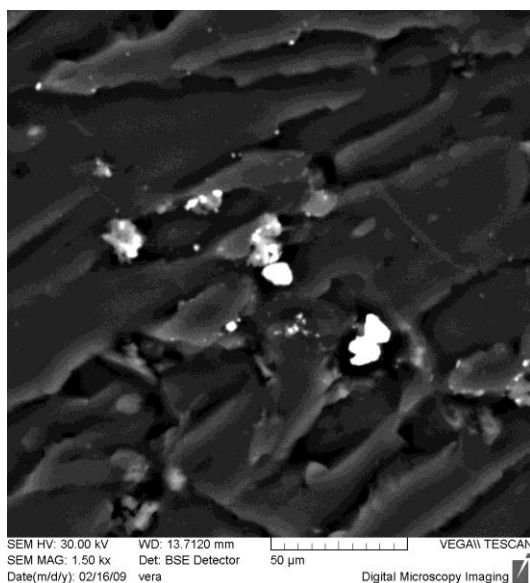


Z obr. 3. 34 a) je patrné rozložení velikostí jednotlivých částic a agregátů. Velikost částic je malá, řádově v desítkách mikrometrů, agregáty jsou větší a dosahují velikostí stovek mikrometrů. Povrch agregátů je členitý, tvořený menšími částicemi – viz obr. 3. 34 b).

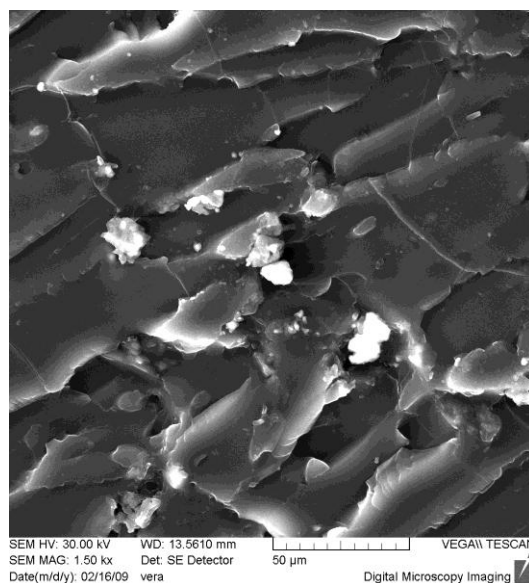


Obr. 3. 35. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic aktivního uhlí v základní epoxidové matrici.

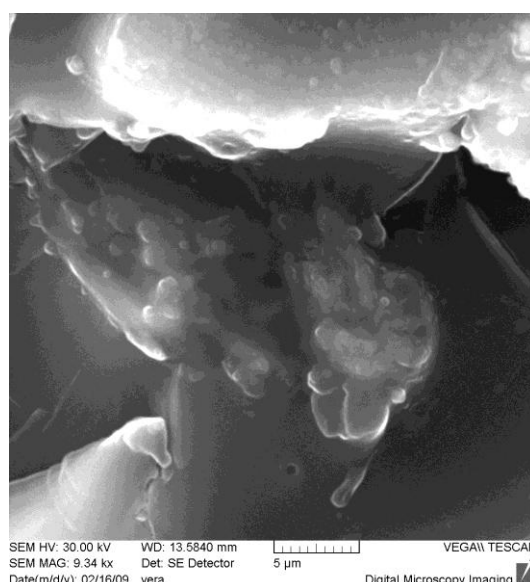
Z grafu obr. 3. 35 je patrný vliv tohoto plniva na hodnoty ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  způsobený jeho obsahem a strukturou částic. Atypický povrch agregátů částic, jejich značný měrný povrch a specifická hustota srovnatelná s hustotou matrice ovlivňuje průběh závislosti ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$ .



a)



b)



c)

Obr. 3. 36. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi aktivního uhlí.

Obsah plniva 4 dsk. a) Zobrazení vytvořeno pomocí zpětně odražených elektronů – přehledový snímek lomové plochy. b) Zobrazení vytvořeno pomocí sekundárních elektronů – přehledový snímek lomové plochy. c) Detailní snímek částice plniva v polymerní matrici.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 36 a, b) je patrné, že identifikace částic plniva na lomové ploše je velmi obtížná. K detekci částic bylo využito zpětně odražených elektronů a poté elektronů sekundárních. Při větším zvětšení je vidět velmi dobré obklopení částice aktivního uhlí polymerní matricí – viz obr. 3. 36 c), ale některé částice v matrici zakotveny nejsou.

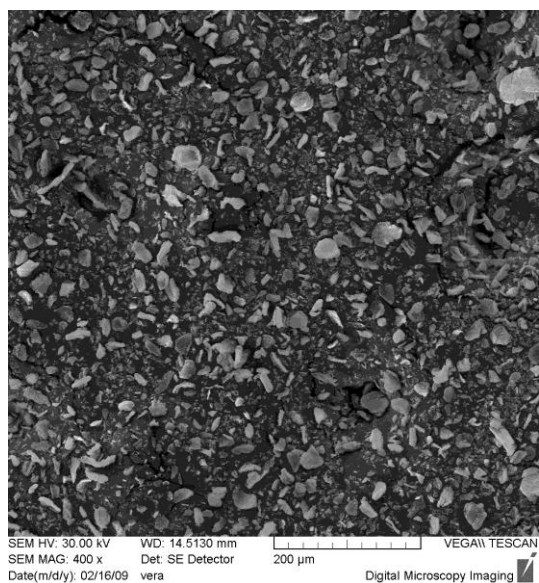
### 3. 4. 2. 9 Epoxidová pryskyřice – částice montmorillonitu

Montmorillonit je materiál s charakteristickou vrstevnatou strukturou skládající se z jednotlivých lamel tloušťky několika nanometrů, vytvářejících větší kompaktní částice. Montmorillonit a jemu podobné materiály se prostřednictvím technologie interkalace stávají dalšími využívanými typy plniv polymerních matric kompozitních systémů.

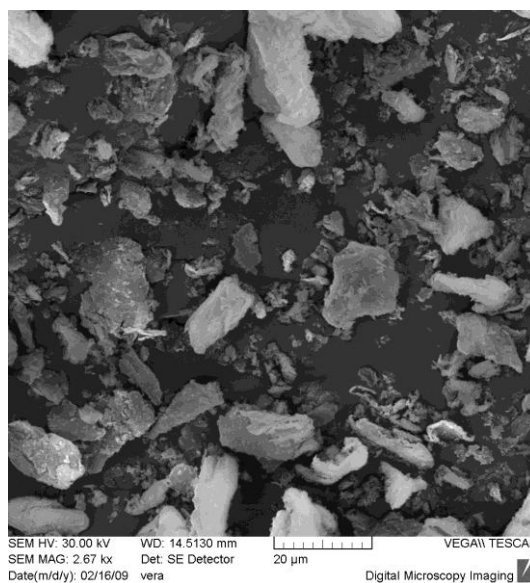
Tabulka 3. 11 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
montmorillonit	50% SiO <sub>2</sub> , 15% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 10% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> O	2,8*	nepravidelné agregáty	agregáty 5 – 30 μm

\* hustota kompaktního materiálu



a)



b)

Obr. 3. 37. Částice montmorillonitu.

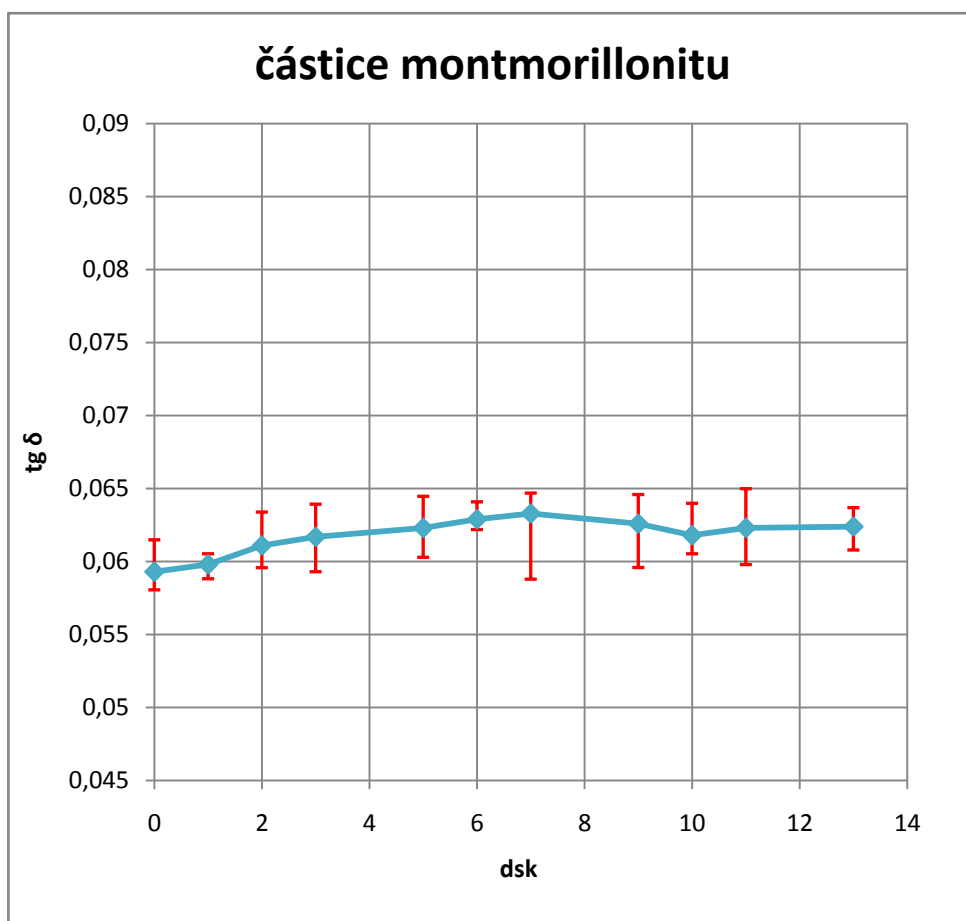
a) Agregáty montmorillonitu – přehledový snímek.

b) Nepravidelné agregáty plniva – detailní zobrazení.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

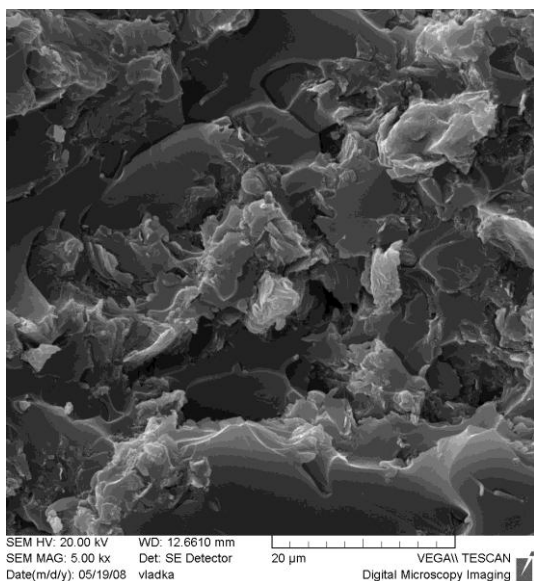
Z obr. 3. 37 a, b) jsou patrné různé rozměry agregátů tohoto plniva. Destičkovité agregáty jsou nepravidelné, jejich obvyklá velikost se pohybuje v rozmezí od 5 μm do 30 μm, ale je

možné identifikovat i částice menší. Charakteristická lamelární struktura plniva není na těchto snímcích rozlišitelná.

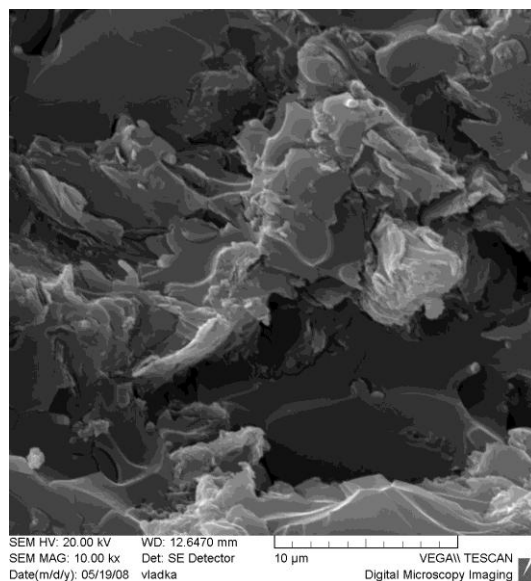


Obr. 3. 38. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic montmorillonitu v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 38 je patrná nevýrazná závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic montmorillonitu v základní matrici. Vzhledem k charakteru plniva lze dosáhnout mezního objemového plnění (cca 50%) při hodnotách 13 dsk. Rovnoměrně rozmístěné a zakotvené částice jsou při vibracích unášeny polymerní matricí a významně nepřispívají k růstu vnitřního tlumení kompozitu.



a)



b)

Obr. 3. 39. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s agregáty montmorillonitu.  
Obsah plniva 8 dsk. a, b) Detailní snímky rozložení plniva v polymerní matrici.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

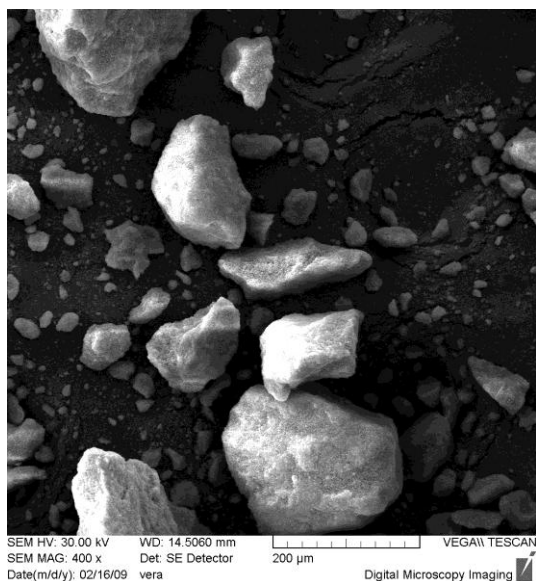
Z obr. 3. 39 a, b) je vidět rovnoměrné rozložení částic plniva v matrici. Malé agregáty jsou více nebo méně dobře obklopeny matricí. Mezifázové rozhraní lze hodnotit jako dobré. Montmorillonit je možné považovat za zajímavý materiál vzhledem k jeho struktuře a rozměrům lamel zasahujících do oblasti nanostruktur.

### 3. 4. 2. 10 Epoxidová pryskyřice – částice syntetického zeolitu

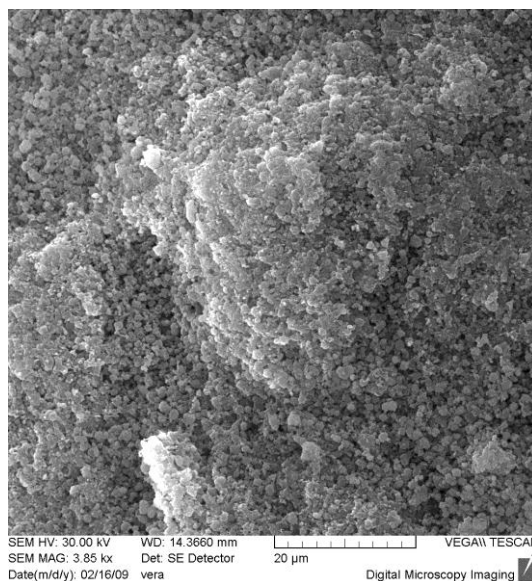
Syntetické zeolity jsou krystalické hydratované aluminosilikáty alkalických kovů a kovů alkalických zemin s vnitřní strukturou kanálků a dutin konstantních rozměrů, ve kterých se mohou zachycovat látky tuhého, kapalného nebo plynného skupenství. Tento materiál byl jako plnivo pro studium vnitřního tlumení v kompozitních systémech vybrán pro svojí atypickou vnitřní stavbu a velké měrné povrchy (až  $1500\text{m}^2/\text{g}$ ).

Tabulka 3. 12 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
zeolit syntetický	74% SiO <sub>2</sub> 12% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7% Na <sub>2</sub> O 1% Fe	1,5 – 2,0	nepravidelná zrna	zrna 10 – 200 μm



a)



b)

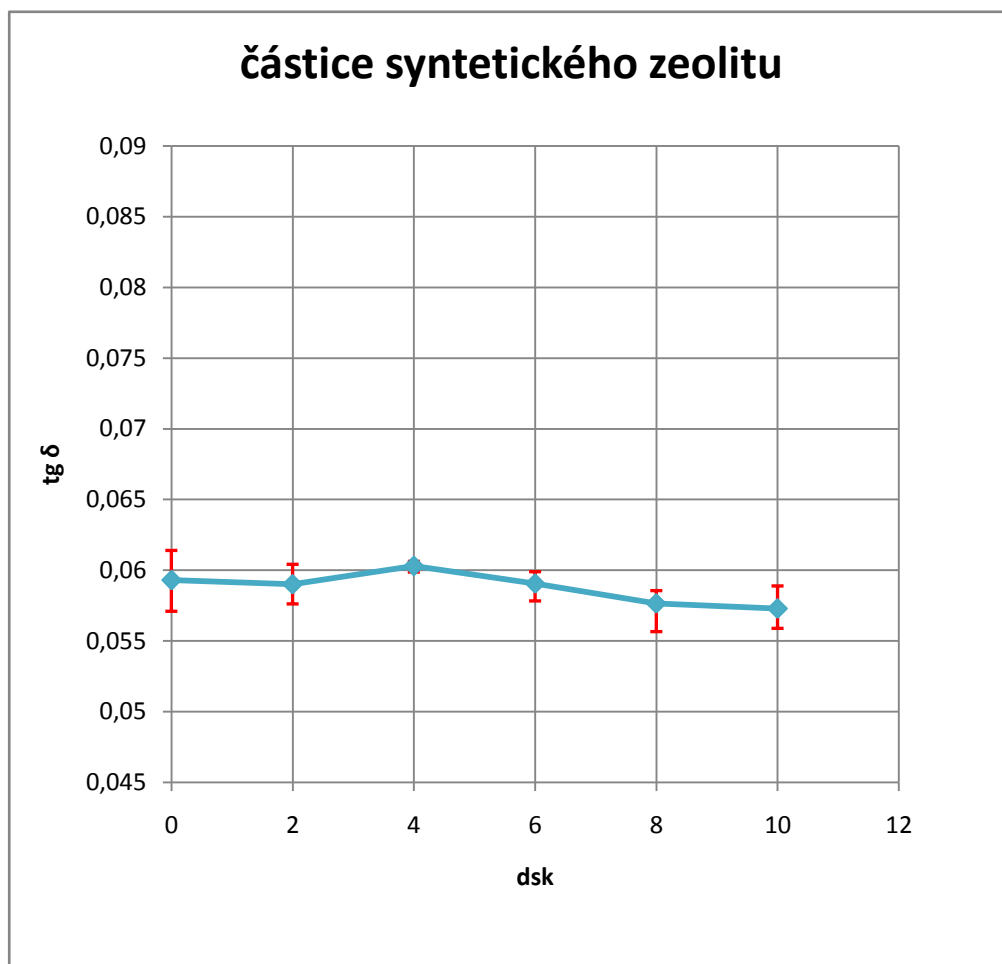
Obr. 3.40. Částice zeolitu.

a) Větší a menší zrna nepravidelného tvaru.

b) Povrch zrna složený z malých částic.

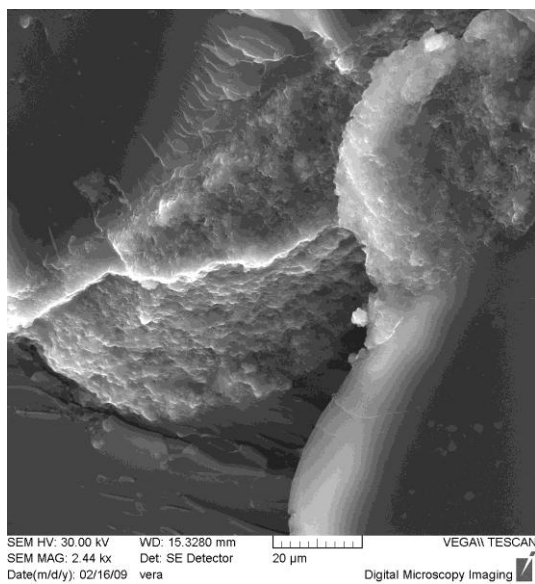
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 40 a) je patrné rozložení velikostí zrn zeolitu, které byly použity jako plnivo. Jednotlivá kompaktní zrna s rozměry až 200  $\mu\text{m}$  jsou složena ze sférických částic mnohonásobně menších – obr. 3. 40 b), jejichž průměr se blíží 1  $\mu\text{m}$ . Povrch plniva je členitý.

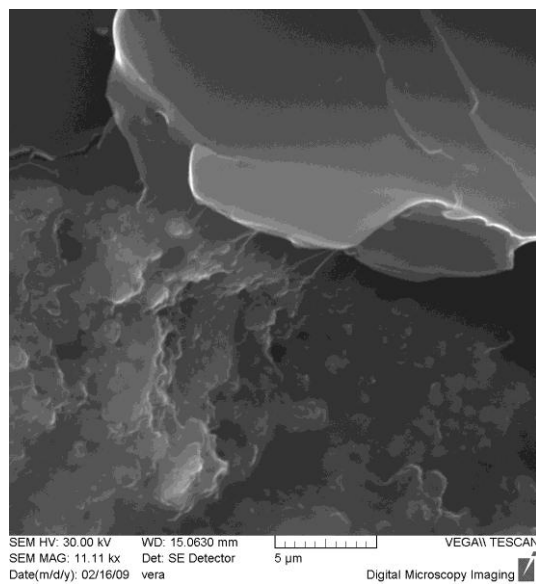


Obr. 3. 41. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic syntetického zeolitu v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 41 je zřejmé, že průběh závislosti ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu plniva s velkým měrným povrchem není téměř patrný. Částice s velkým měrným povrchem a nízkou hustotou jsou pevně zakotveny v matrici a nepřispívají k růstu tlumení.



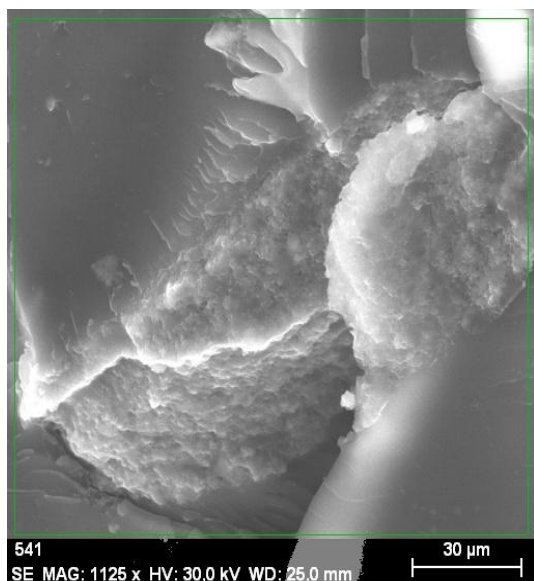
a)



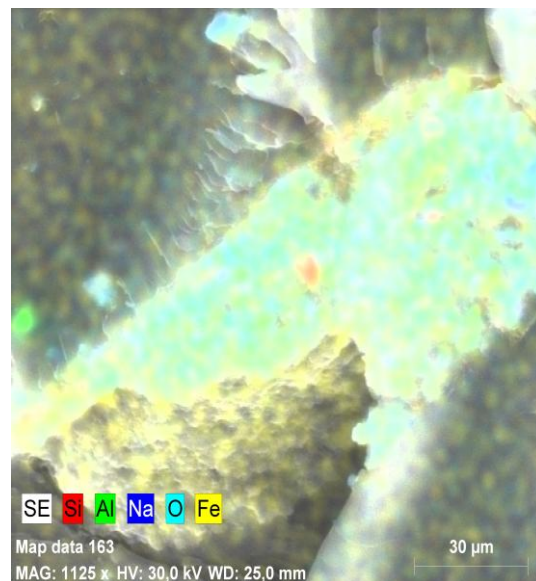
b)

Obr. 3. 42. a,b) Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi zeolitu  
Obsah plniva 4 dsk.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 42 a, b) je patrné, že mezi částicemi zeolitu a epoxidovou pryskyřicí dochází k velmi kvalitnímu spojení. Částice jsou polymerem dokonale obaleny – adheze na mezifázovém rozhraní je dobrá.

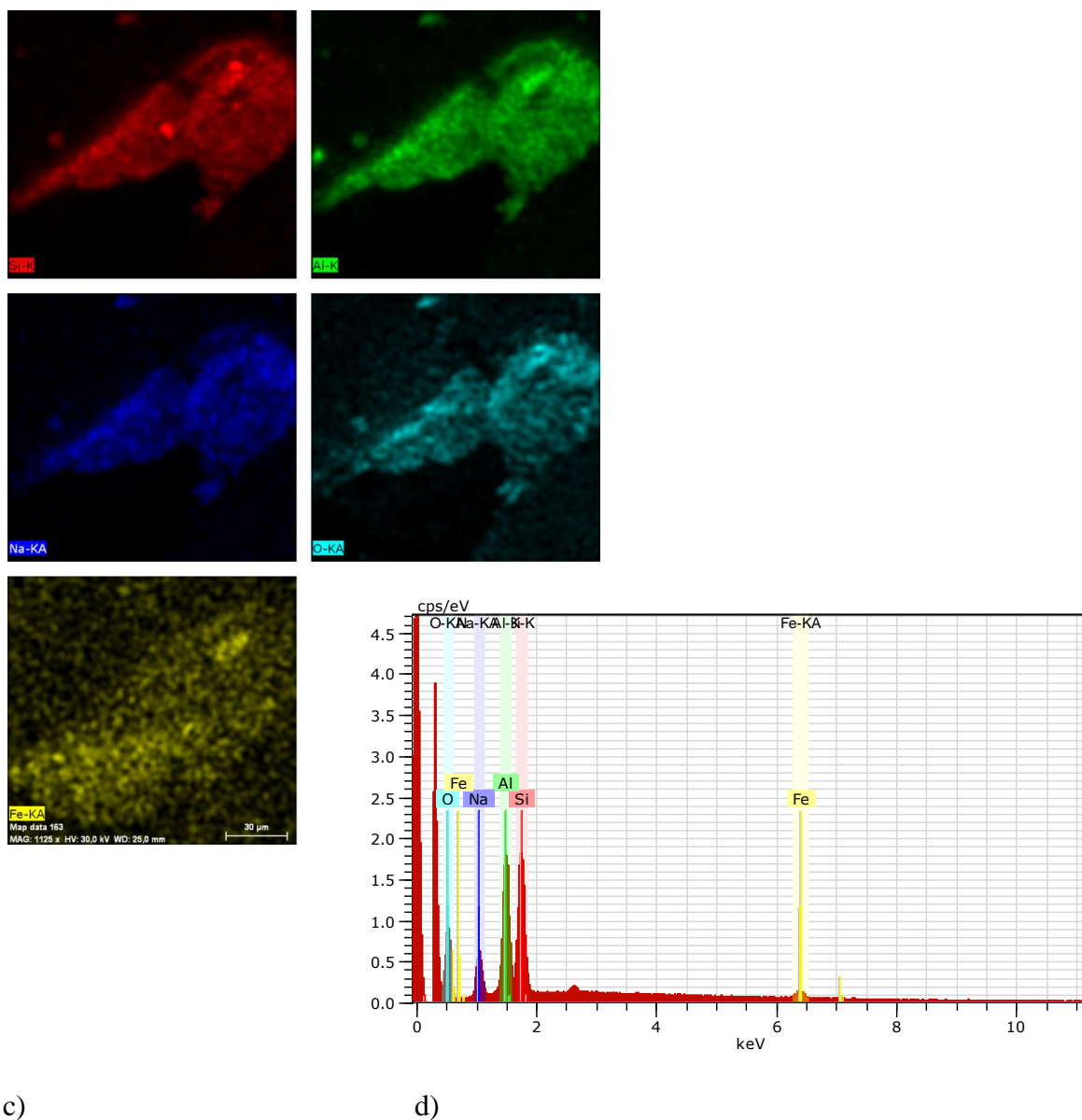


a)



b)





c) d)

Obr. 3. 43. a) Zmapovaná oblast plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi zeolitu pro EDAX analýzu. b) Rozložení prvků ve vzorku. c, d) Rozložení jednotlivých sledovaných prvků.

Výsledek EDAX analýzy dokládá přítomnost chemických prvků v materiálu. Analýza byla provedena pro ověření dat z materiálového listu.

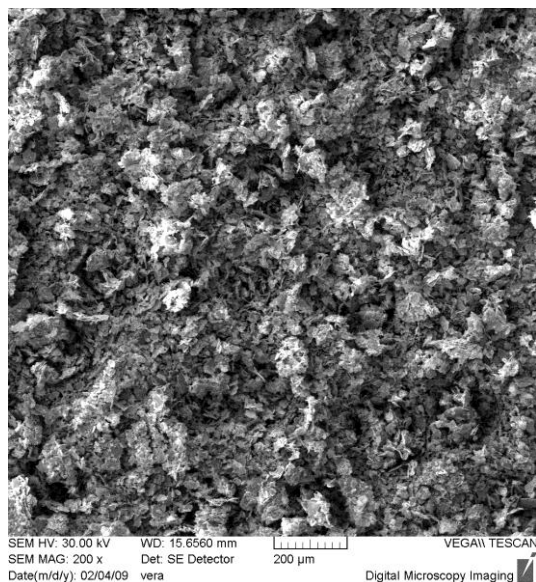
### 3. 4. 2. 11 Epoxidová pryskyřice – šupiny mosazi

Mosazi patří k široce používaným materiálům a to jak v kompaktní tak v práškové formě. Jako plnivo pro studium vnitřního tlumení v kompozitních systémech byl tento materiál vybrán pro svoji hustotu a charakteristický tvar částic.

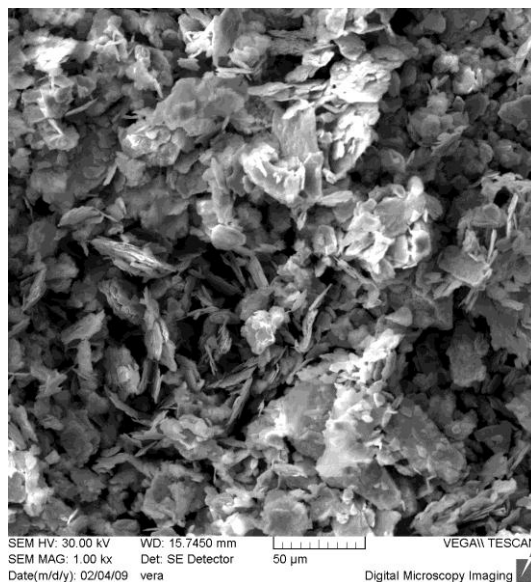
Tabulka 3. 13 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
mosazné šupiny	70% Cu 30% Zn	8,4*	šupiny a jejich shluky	shluky 30 – 80 μm tloušťka šupin 1 – 2 μm délka a šířka šupin 50 – 100 μm

\* hustota kompaktního materiálu



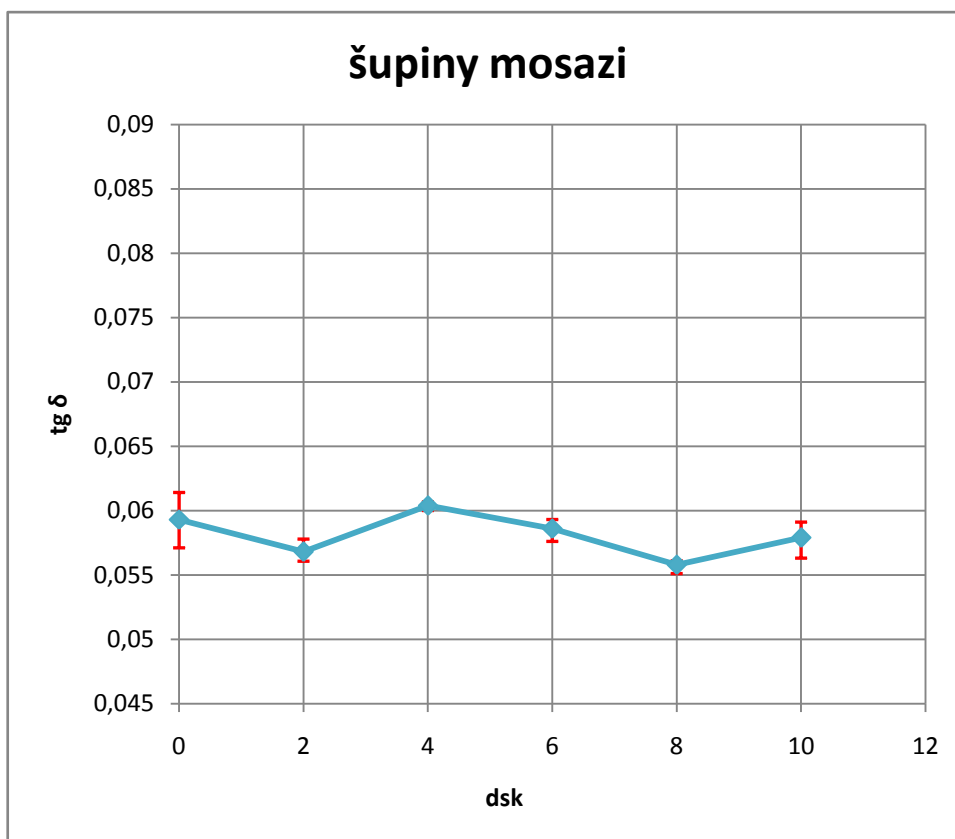
a)



b)

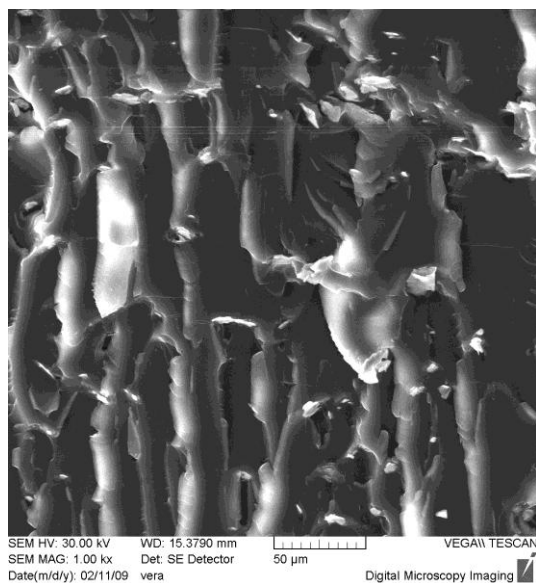
Obr. 3. 44. Šupiny mosazi.  
a) Šupinovité částice mosazi – přehledový snímek.  
b) Vzájemné rozložení šupinovitých částic.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 44 a) je patrné rovnoměrné rozložení velikostí částic použitého plniva. Částice jsou tvořeny většími nebo menšími shluky paralelně poskládaných velmi tenkých šupin nepravidelného tvaru – viz obr. 3. 44 b). Velikost shluků se pohybuje v rozmezí 30  $\mu\text{m}$  až 80  $\mu\text{m}$  při tloušťce šupin v jednotkách mikrometrů.

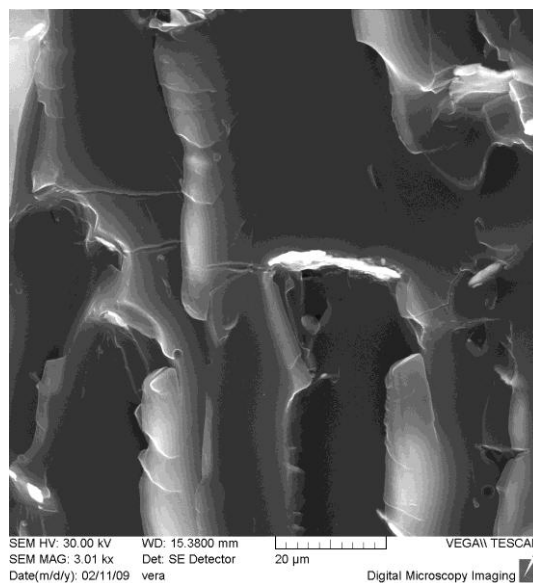


Obr. 3. 45. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu šupin mosazi v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 45 je zřejmá nevýrazná závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu šupin mosazi v epoxidové matrici. Charakteristický tvar částic plniva se na tlumení materiálu výrazně neprojevuje. Tuhé šupiny mosazi se při dynamickém namáhání v elastických oblastech zřejmě nedeformují a k tlumení nepřispívají.



a)



b)

Obr. 3. 46. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s šupinami mosazi.

Obsah plniva 4 dsk. a) Přehledový snímek lomové plochy s šupinami.

b) Detailní snímek šupiny ukotvené v polymerní matrici.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 46 a) je patrné homogenní rozložení šupin mosazi, respektive jednotlivých šupin v polymerní matrici. Nejsou zde patrné shluky, plnivo je rovnoměrně dispergované a obklopené matricí. Na mezifázovém rozhraní nejsou patrné volné objemy – viz obr. 3. 46 b) vazba obou složek je dobrá.

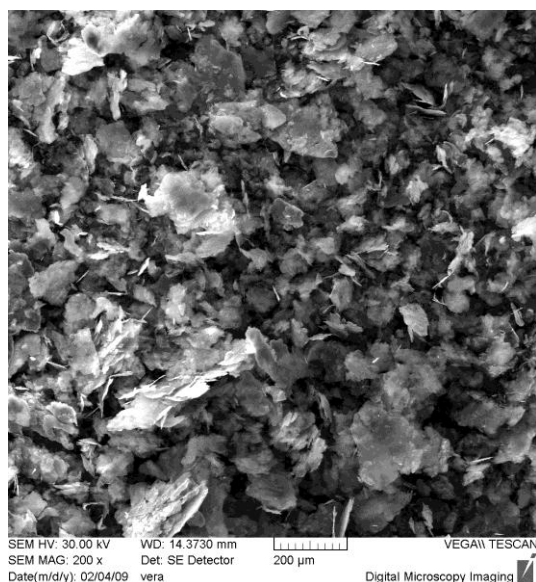
### 3. 4. 2. 12 Epoxidová pryskyřice – šupiny hliníku

Tento materiál s šupinovitým charakterem částic je často nesprávně označován jako hliníkový bronz a využívá se při výrobě barev. Jako plnivo klasických kompozitních systémů se neaplikuje. V rámci této studie bylo toto kovové plnivo vybráno pro svůj charakteristický tvar a nízkou hustotu.

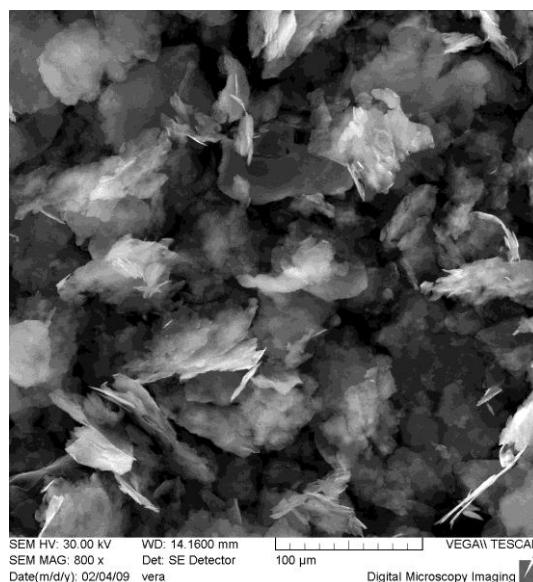
Tabulka 3. 14 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
hliníkové šupiny	99% Al 1% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,7*	šupiny a jejich shluky	shluky 30 – 100 μm tloušťka šupin 1 – 2 μm délka a šířka šupin 50 – 100 μm

\* hustota kompaktního materiálu



a)



b)

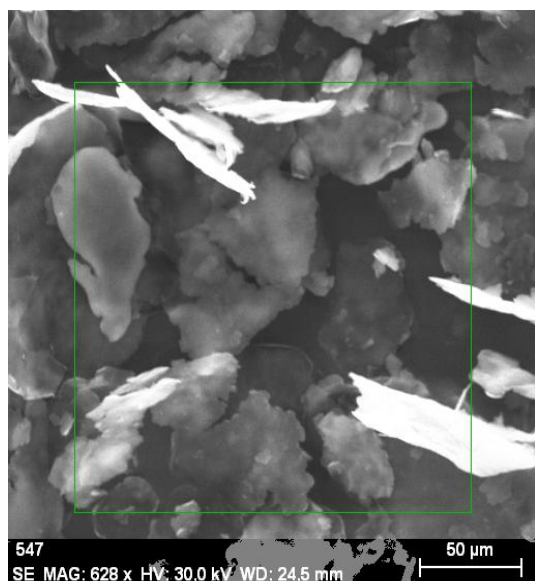
Obr. 3. 47. Šupiny hliníku.

a) Šupinovité částice hliníku – přehledový snímek.

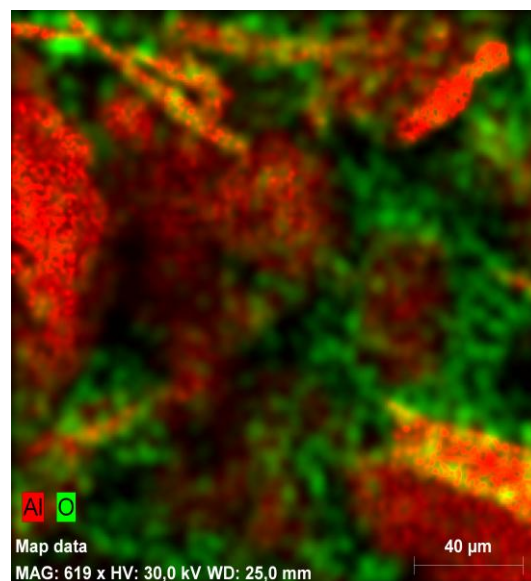
b) Shluky šupin – detailní snímek.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

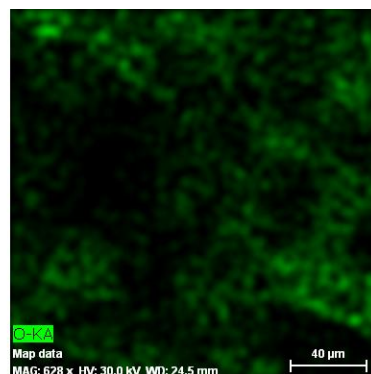
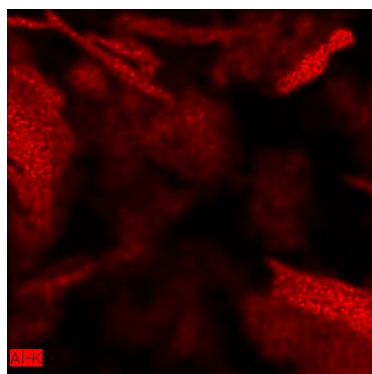
Z obr. 3. 47 a, b) je dobře patrný šupinovitý tvar hliníkových částic, které jsou velmi tenké, jejich tloušťka se blíží až k 1  $\mu\text{m}$  - 2  $\mu\text{m}$ . Plošné rozměry destiček se značně liší, často dochází k jejich vzájemnému navrstvení.



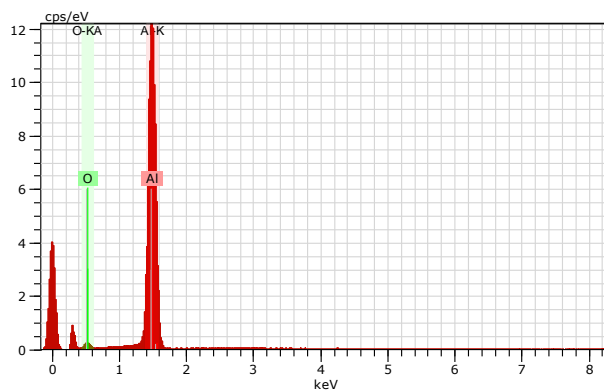
a)



b)

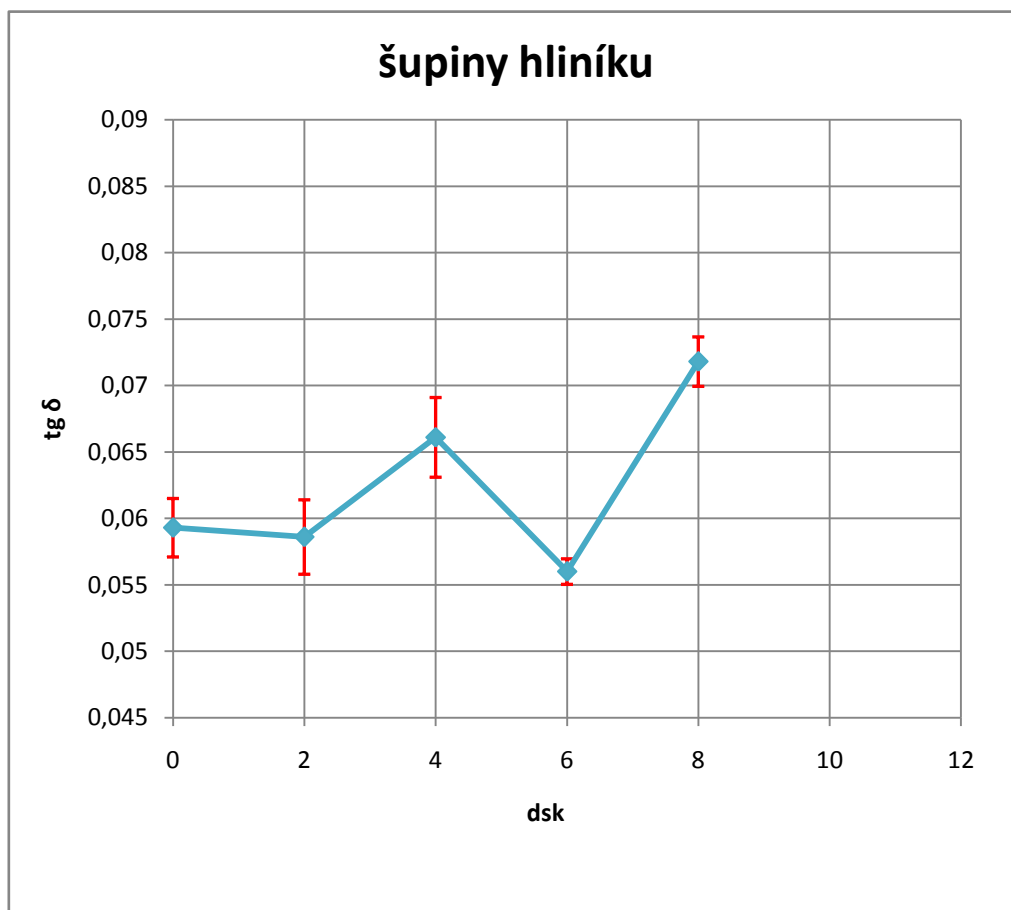


c)



d)

Obr. 3. 48. Prvková analýza provedená na šupinách hliníku a) až d).  
Z analýzy je patrné, že povrch částic hliníku je zoxidován.

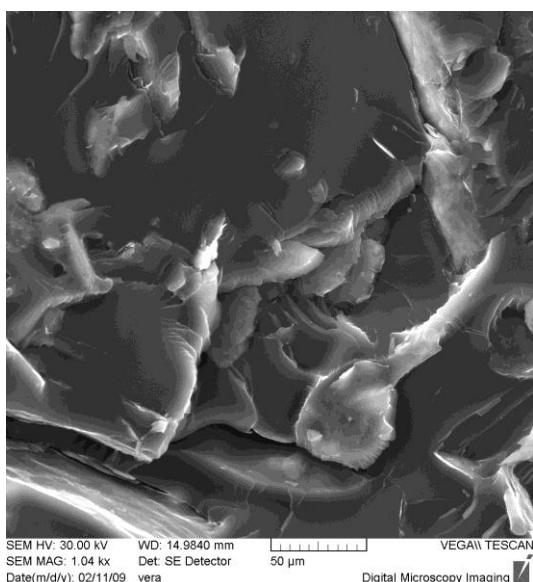


Obr. 3. 49. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu šupin hliníku v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 49 je patrný vliv hliníkových šupin na hodnoty ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$ , které se mění podle jejich obsahu. Velikost hodnot  $\text{tg } \delta$  vykazuje růst a pokles v závislosti na stupni plnění a pravděpodobně na rozmístění šupin v materiálu, které je mezní a odpovídá objemovému plnění 50 %. Navrstvení šupin, třecí plochy při dynamickém namáhání a deformace šupin jsou příčinou nárůstu tlumení v závislosti na plnění.

Maximální zvýšení hodnoty ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  je dosaženo při plnění 8 dsk, kdy rozdíl mezi tlumením neplněné a plněné pryskyřice dosahuje 21 %.





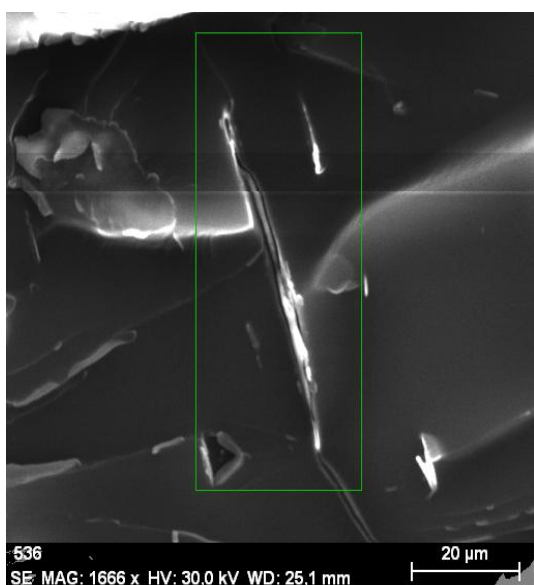
a)



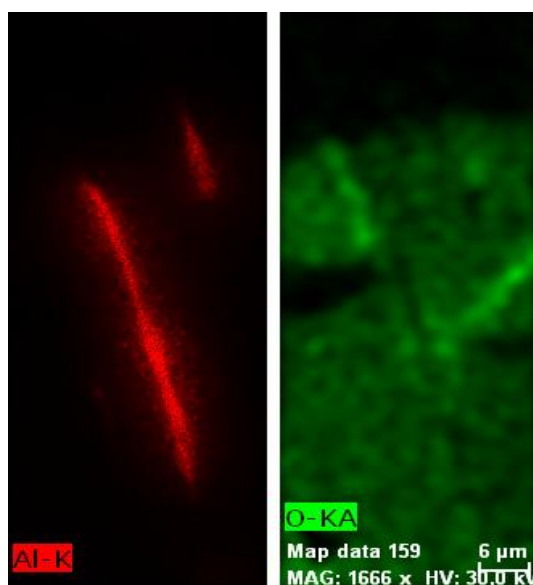
b)

Obr. 3. 50. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s šupinovitými částicemi hliníku. Obsah plniva 4 dsk. a) Přehledový snímek lomové plochy vzorku. b) Detailní snímek uložení šupiny plniva v polymerní matici. Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 50 a) je zřejmé, že při daném plnění a charakteru lomové plochy je obtížné identifikovat částice plniva v matici a proto bylo k určení jejich polohy využito prvkové analýzy. Částice jsou velmi jemné a nevytvářejí větší shluky. U pozorované destičky – viz obr. 3. 50 b) je patrné nedokonalé rozhraní, jemnější destičky jsou naopak maticí dobře obklopeny. Nedokonalost mezifázového rozhraní může být podmíněna přítomností oxidu hlinitého na jejich povrchu.

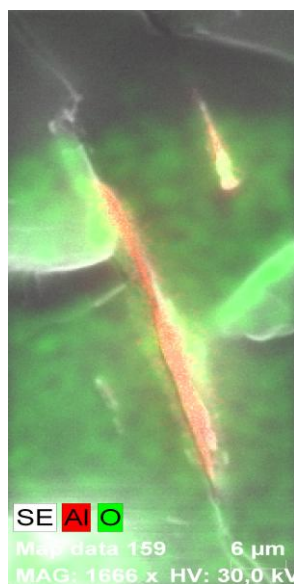


a)

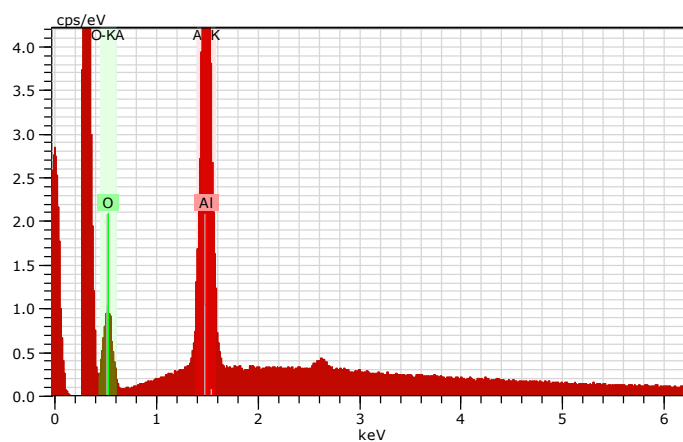


b)





c)



d)

Obr. 3. 51. a) Lomová plocha vzorku epoxidové pryskyřice se šupinou z hliníku použitá pro prvkovou analýzu. b, c) Prvková analýza částice plniva uložené v polymerní matrici.

d) Určení prvků v materiálu.

Rastrovací elektronová mikroskopie. EDAX analýza.

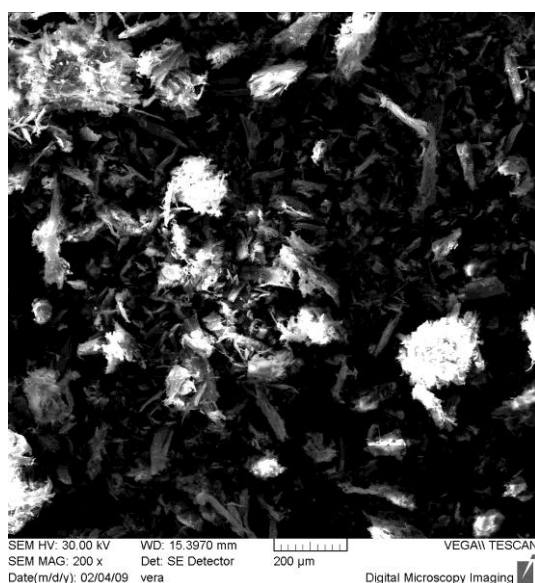
### 3. 4. 2. 13 Epoxidová pryskyřice – částice brusné dřevoviny

Brusná dřevovina je plnivem sestávajícím z velmi jemných částic vznikajících při zpracování dřeva. Toto plnivo reprezentuje přírodní materiál s nízkou hustotou a nepravidelným tvarem částic.

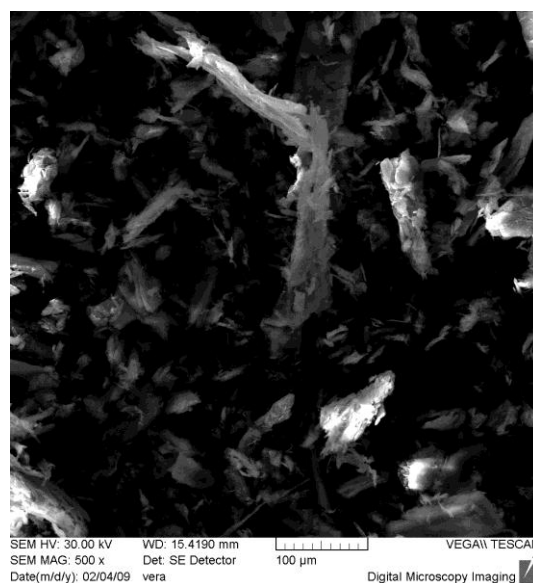
Tabulka 3. 15 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
brusná dřevovina smrková	50% celulóza 30% lignin vosky	0,7 – 0,9*	nepravidelné částice	částice 50 – 150 μm

\* hustota kompaktního materiálu



a)



b)

Obr. 3. 52. Částice brusné dřevoviny.

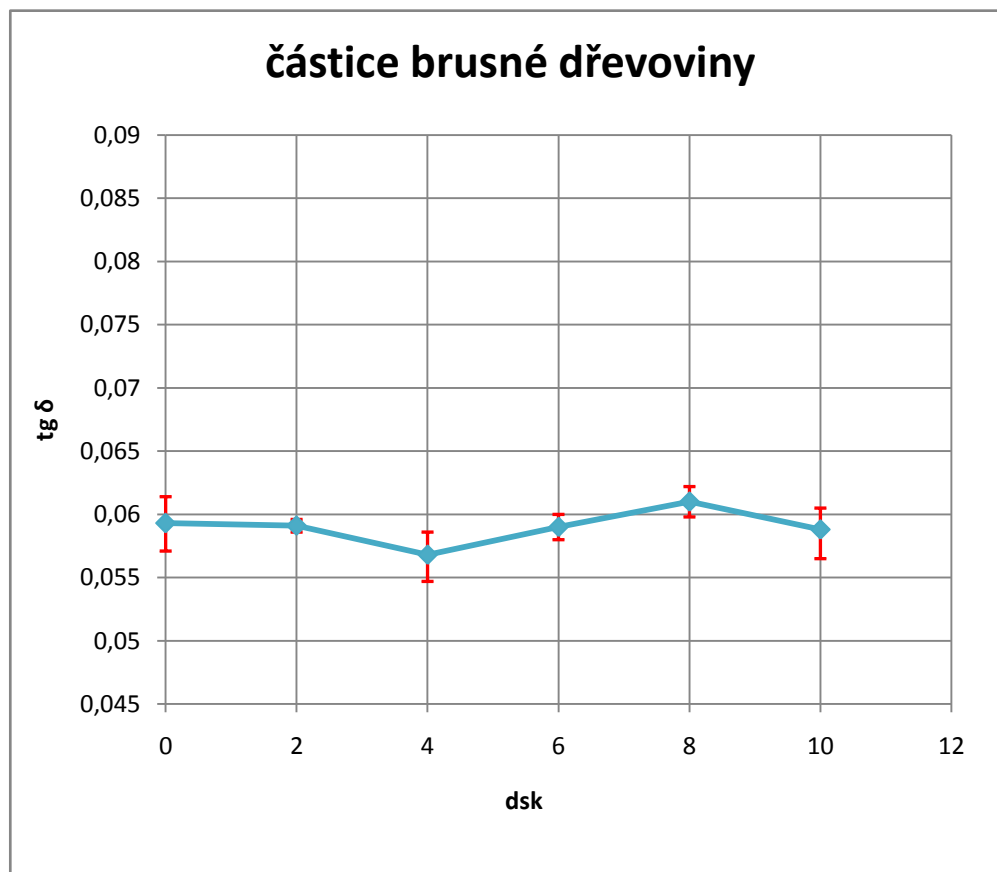
a) Částice brusné dřevoviny – přehledový snímek.

b) Detailní snímek částic.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

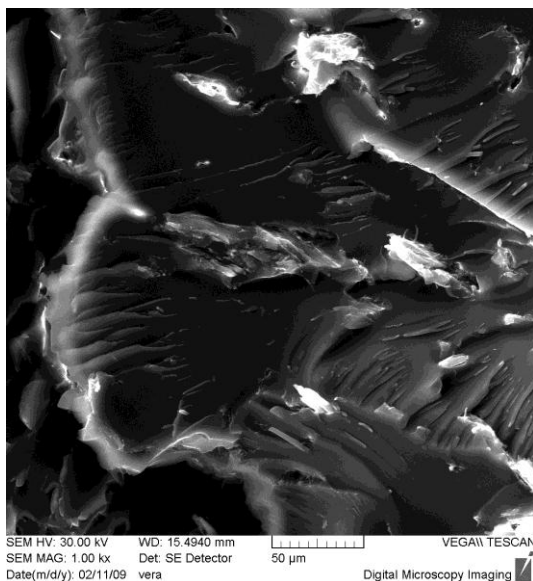
Z obr. 3. 52 a) je patrné rozložení velikostí částic brusné dřevoviny. Tvar částic je nepravidelný, tvořený svazky celulóзовých vláken. Velikost jednotlivých částic dřevoviny se

pohybuje v rozmezí od 50  $\mu\text{m}$  do 150  $\mu\text{m}$  – viz obr. 3. 52 b). Částice mají tendenci vytvářet shluky, jejichž povrch není hladký.

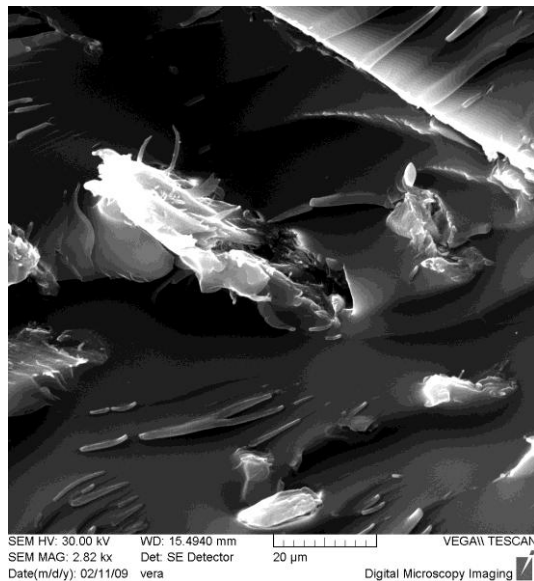


Obr. 3. 53. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic brusné dřevoviny v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 53 není zřejmá výrazná závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic brusné dřevoviny v základní epoxidové matrici. Struktura částic tvořených celulózovými vlákny se nepodílí na chování kompozitu.



a)



b)

Obr. 3. 54. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi brusné dřevoviny.

Obsah plniva 6 dsk. a) Přehledový snímek.

b) Detailní snímek ukotvení částic plniva v polymerní matrici.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 54 a) je vidět rozložení částic v polymerní matrici, které je téměř homogenní. Částice jsou matricí obklopeny dobře, nejsou patrné volné objemy na rozhraní plnivo – matrice – obr. 3. 54 b). Adhezi na mezifázovém rozhraní lze považovat za dobrou.

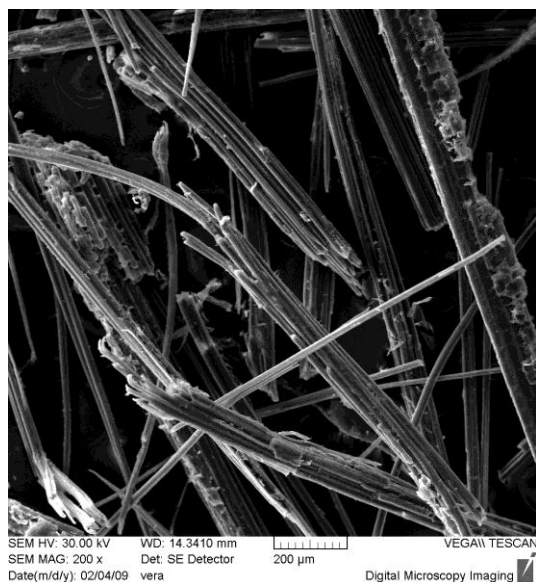
### 3. 4. 2. 14 Epoxidová pryskyřice – bambusová vlákna

Sekaná bambusová vlákna se v současnosti dostávají do popředí zájmů výrobců plněných polymerních systémů. Jedná se o přírodní plnivo vykazující zajímavé materiálové vlastnosti a svojí cenou konkurující syntetickým vláknům. Tento materiál byl vybrán pro svoji strukturu, tvar částic a perspektivní parametry.

Tabulka 3. 16 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
bambusová vlákna	50% celulóza 25% lignin	0,4 – 0,8*	svazky vláken	svazky vláken 50 – 150 μm průměr vláken 20 – 30 μm délka vláken 2 – 3 mm

\* hustota kompaktního materiálu



a)



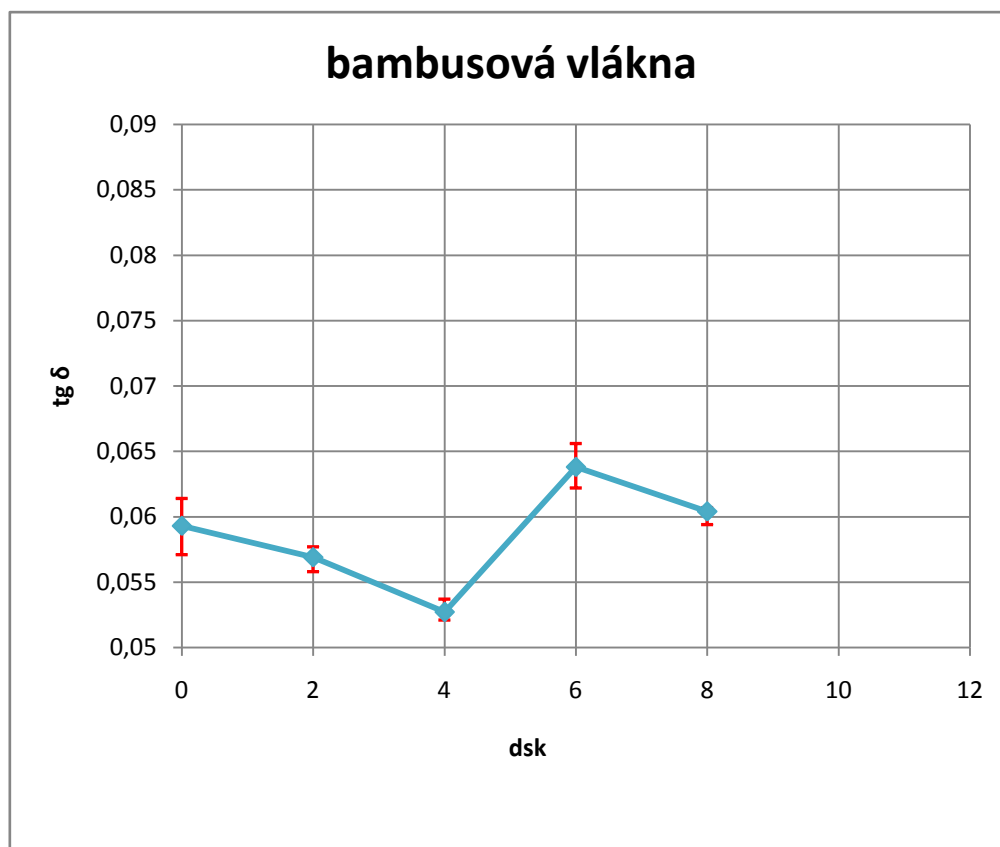
b)

Obr. 3. 55. Sekaná bambusová vlákna.

a, b) Svazky vláken.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

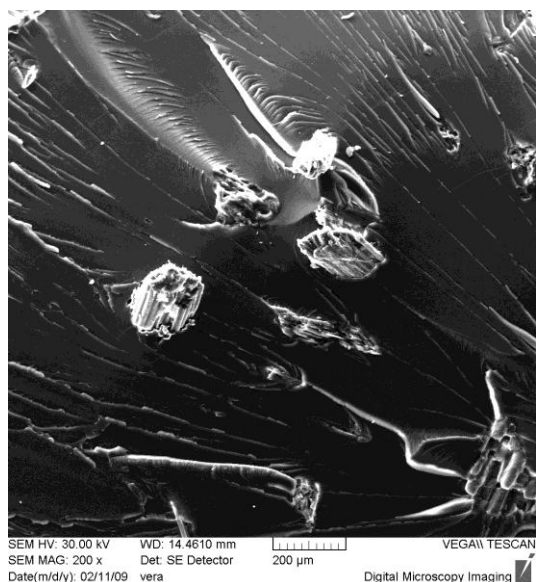
Z obr. 3. 55 a, b) jsou dobře vidět větší nebo menší svazky jednotlivých bambusových vláken, které dosahují délky jednotek mm. Podle počtu vzájemně spojených vláken se svazky liší průměrem pohybujícím se v rozmezí 50  $\mu\text{m}$  až 150  $\mu\text{m}$ .



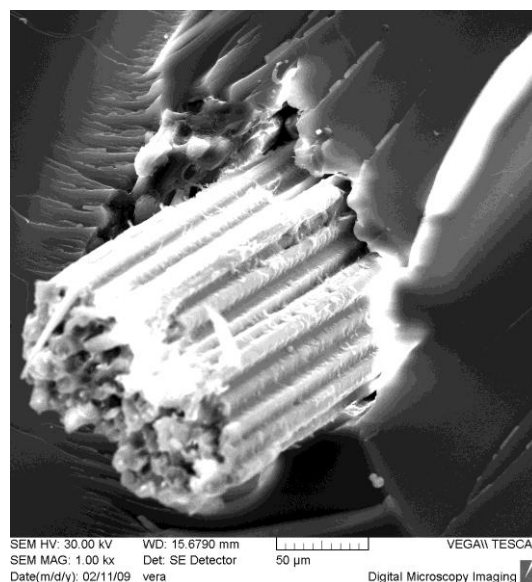
Obr. 3. 56. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu bambusových vláken v základní epoxidové matrici.

Z grafu na obr. 3. 56 je patrná závislost hodnot ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu bambusových vláken v polymerní matrici. Průběh závislosti kolísá s podílem tohoto plniva, projevuje se zde i vliv orientace svazků celulóзовých vláken v matrici a jejich elastické vlastnosti. Nárůst i pokles ztrátového činitele je zřejmě ovlivněn složitými mechanismy interakce plniva a matrice, elastickými vlastnostmi jednotlivých svazků vláken, které u přírodních materiálů tohoto typu nejsou konstantní a orientací vláken vzhledem k podélné ose vzorku.

Hodnota ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  se nemění ani po dlouhodobém cyklickém namáhání  $6 \cdot 10^6$  cyklů. Pro namáhaný vzorek s obsahem bambusových vláken 5 dsk zůstávají hodnoty ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  neměnné:  $\text{tg } \delta = 0,062$  pro vzorek bez cyklického zatěžování,  $\text{tg } \delta = 0,06202$  pro vzorek po  $6 \cdot 10^6$  cyklech.



a)



b)



c)

Obr. 3. 57. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s bambusovými vlákny. Obsah plniva 4 dsk. a) Neuspořádané rozložení svazků vláken – přehledový snímek. b, c) Svazky vláken v polymerní matrici – detailní snímky.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Obr. 3. 57 a – c) dokumentuje prostorově a směrově neuspořádané rozložení svazků vláken, které nevytvářejí větší shluky. Mezi matricí a vlákny jsou na některých místech patrné volné objemy, které ovlivňují adhezi na mezifázovém rozhraní.

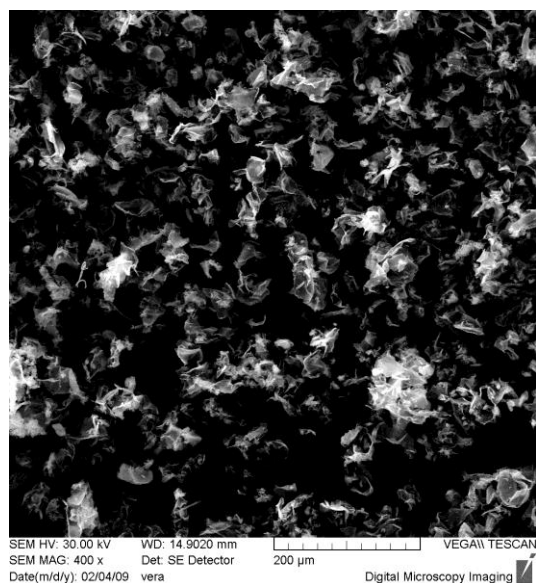
### 3. 4. 2. 15 Epoxidová pryskyřice – částice korku

Korek je materiál s velmi nízkou hustotou, vynikajícími tepelně i zvukově izolačními parametry, vysokou schopností tlumení a odolností vůči propustnosti plynů i kapalin. Tyto vlastnosti jsou dány buněčnou strukturou kůry. Stěny buněk tvořené celulózą a vosky (speciálně suberinem) v sobě uzavírají plyn podobný vzduchu. Korkové částice byly vybrány pro tuto studii pro výše uvedené parametry.

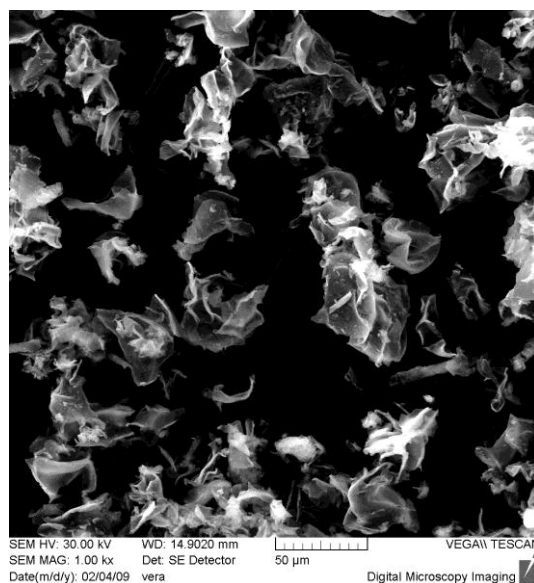
Tabulka 3. 17 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
korek	45% suberin 27% lignin 12% celulóza	0,25 – 0,5*	nepravidelné částice	částice 20 – 50 μm

\* hustota kompaktního materiálu



a)



b)

Obr. 3. 58. Částice korku.

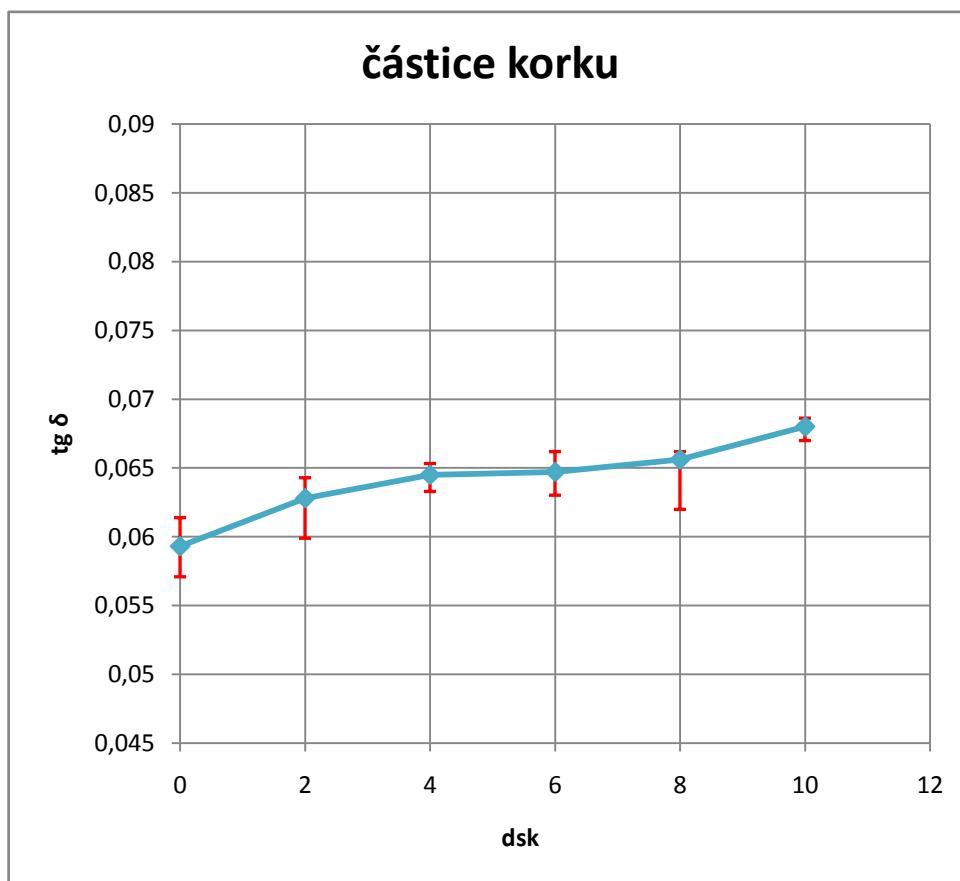
a) Částice korku – přehledový snímek.

b) Detailní snímek částic nepravidelného tvaru.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

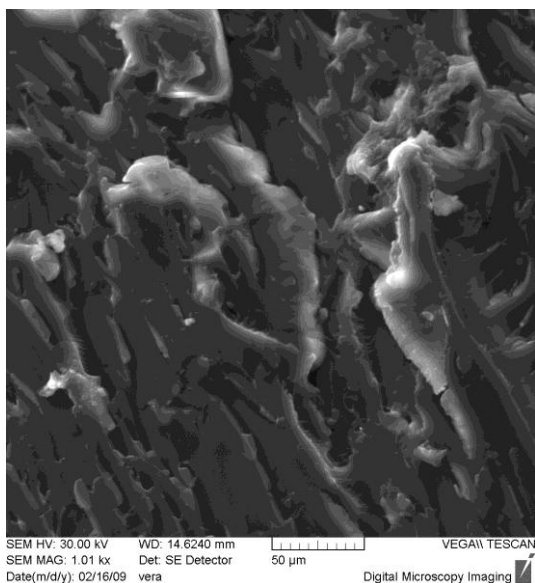


Z obr. 3. 58 a) je patrné rozložení velikostí částic korku, z obr. 3. 58 b) je vidět nepravidelný tvar částic s jejich velikostí pohybující se v rozmezí 20  $\mu\text{m}$  až 50  $\mu\text{m}$  a hladkým povrchem.

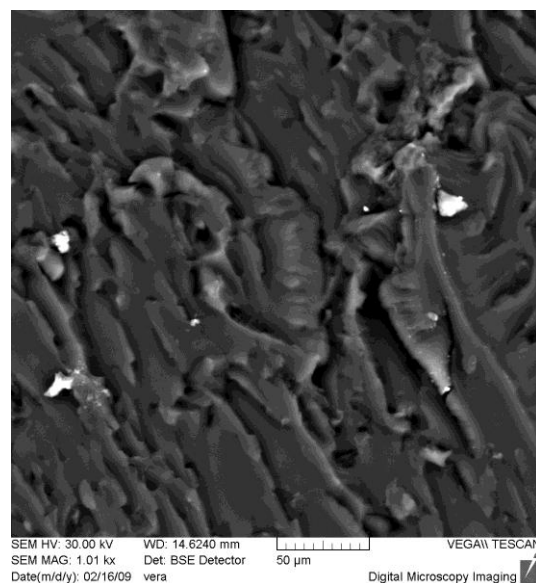


Obr. 3. 59. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic korku v základní epoxidové matrici

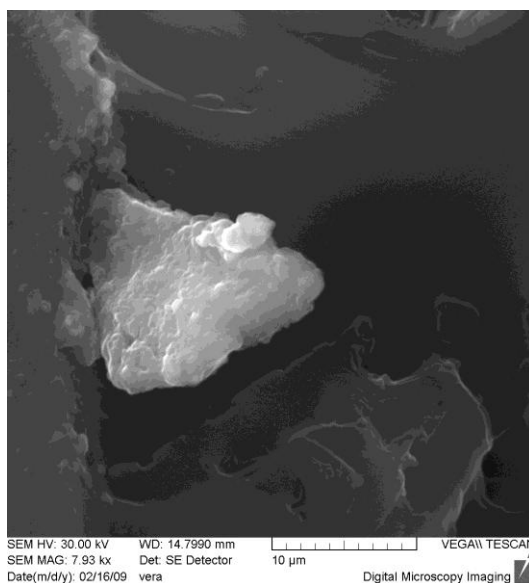
Z grafu obr. 3. 59 je zřejmá rostoucí závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic korku v základní epoxidové matrici. Nejvyššího tlumení systému je dosaženo při nejvyšším použitém plnění 10 dsk, kdy hodnota ztrátového koeficientu  $\text{tg } \delta$  dosahuje oproti čistému polymeru zvýšení o 15 %. Vzorky s vyšším obsahem plniva uvedených rozměrů není možné připravit, protože objemové plnění dosahuje mezních hodnot (cca 50%). Podíl objemu matrice při plnění 10 dsk klesá a zdrojem tlumení jsou v tomto případě ztráty energie způsobené deformací jednotlivých částic plniva.



a)



b)



c)

Obr. 3. 60. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi korku. Obsah plniva 6 dsk. a) Zobrazení vytvořeno pomocí sekundárních elektronů – přehledový snímek lomové plochy. b) Zobrazení vytvořeno pomocí zpětně odražených elektronů – přehledový snímek lomové plochy. c) Detailní snímek částice korku v polymerní matrici. Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 60 a) je patrné, že viditelnost částic plniva je na lomové ploše vzorku velmi špatná a proto bylo k jejich identifikaci využito zpětně odražených elektronů – obr. 3. 60 b). Částice jsou v polymeru rozloženy pravidelně, nedochází k tvorbě jejich shluků a jsou dobře obklopeny epoxidovou matricí – obr. 3. 60 c). Na snímku nejsou patrné volné objemy mezi částicemi a matricí. Adhezi mezi plnivem a polymerem lze hodnotit jako dobrou.

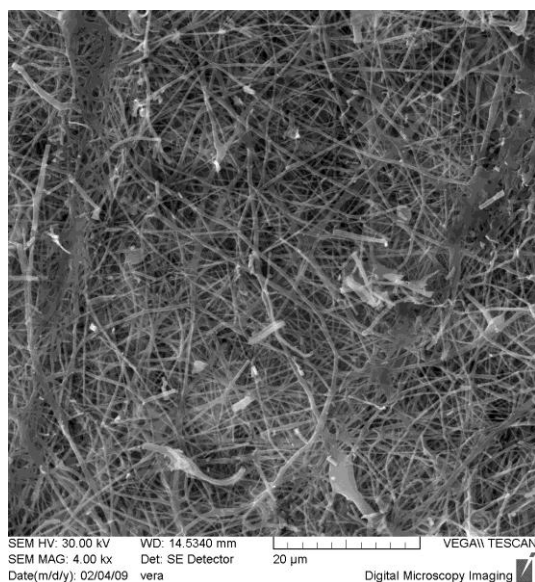
### 3. 4. 2. 16 Epoxidová pryskyřice – šupiny vytvořené vlákny oxidu křemičitého

Tento materiál, tvořený šupinami nepravidelného tvaru je vývojovým produktem společnosti Elmarco, s.r.o. Výrobce využil zkušeností se zvláknováním organických roztoků a byly vytvořeny šupiny, skládající se z jednotlivých vzájemně na sebe poskládaných vláken oxidu křemičitého různých průměrů. Tento typ plniva zatím není komerčně využíván.

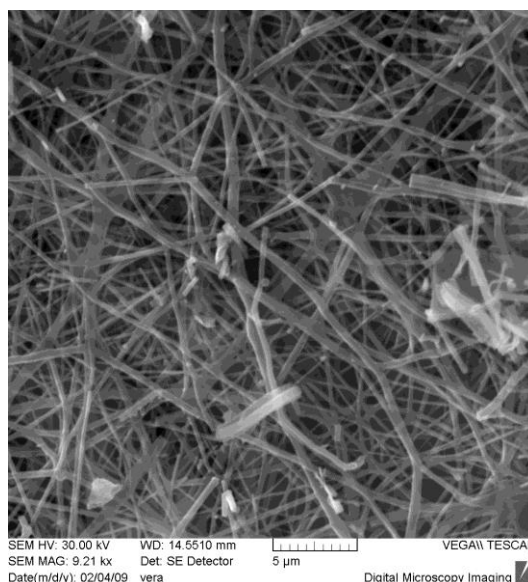
Tabulka 3. 18 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
šupiny vytvořené z vláken oxidu křemičitého	99,8 % SiO <sub>2</sub>	2,2*	jednotlivé šupiny nebo jejich shluky	tloušťka šupin 10 μm délka a šířka šupin 1 – 2 mm vlákna submikronová

\* hustota kompaktního materiálu



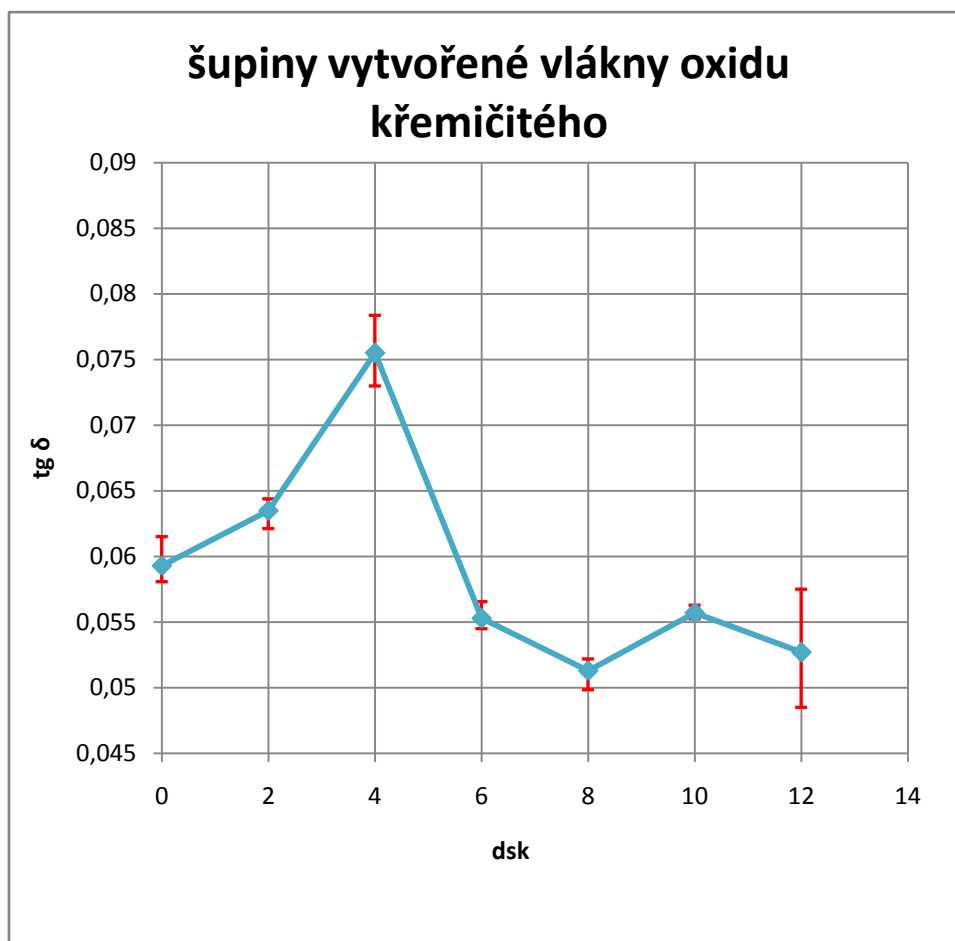
a)



b)

Obr. 3. 61. Šupiny vytvořené vlákny oxidu křemičitého.  
a,b) Povrchová část jednotlivé šupiny.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 61 jsou patrné povrchy destiček. Velikost jednotlivých destiček dosahuje často plochy až  $0,25 \text{ cm}^2$ . Struktura je tvořena jednotlivými vlákny větších nebo menších průměrů (od stovek nanometrů do jednotek mikrometrů), vzájemně na sebe náhodně poskládaných. Vlákná sledované struktury mezi sebou nevytváří uzly. Většinu vláken je možné označit jako vlákna submikronová, část vláken oxidu křemičitého svojí velikostí, resp. průměrem spadá mezi nanostukturní materiály.

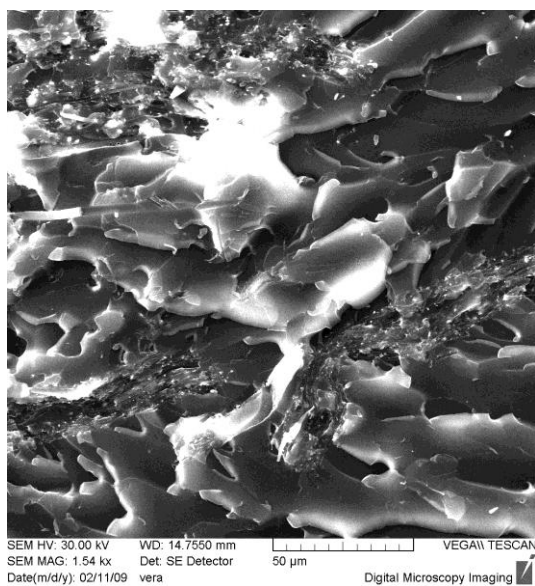


Obr. 3. 62. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu šupin vytvořených z vláken oxidu křemičitého v základní epoxidové matrici.

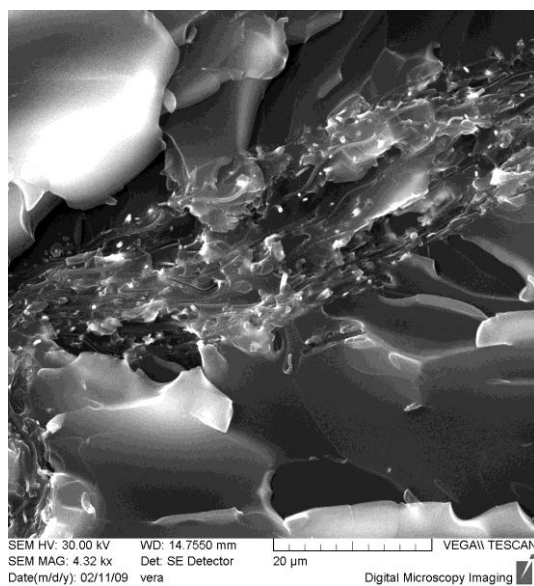
Z grafu obr. 3. 62 je patrná změna hodnot ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  v závislosti na obsahu plniva v základní polymerní matrici a to zejména v oblasti kolem 4 dsk.

V maximu dochází za daných podmínek ke zvýšení hodnoty ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  oproti neplněné pryskyřici o 24 %.

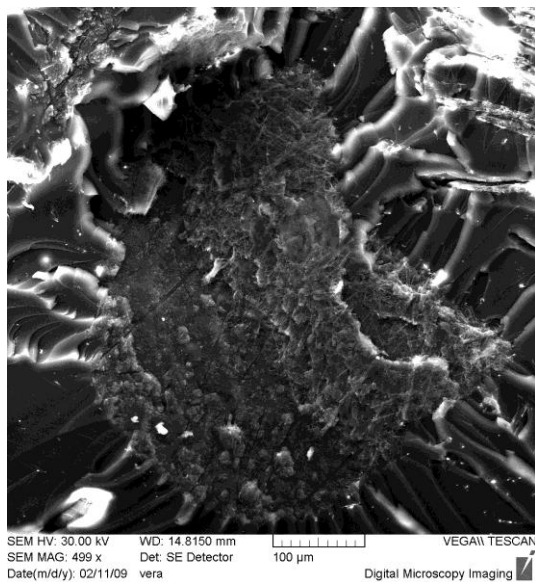
Vyšší plnění epoxidové pryskyřice tímto typem plniva odpovídá objemovému zastoupení cca 50 %, které je pro daný případ mezní.



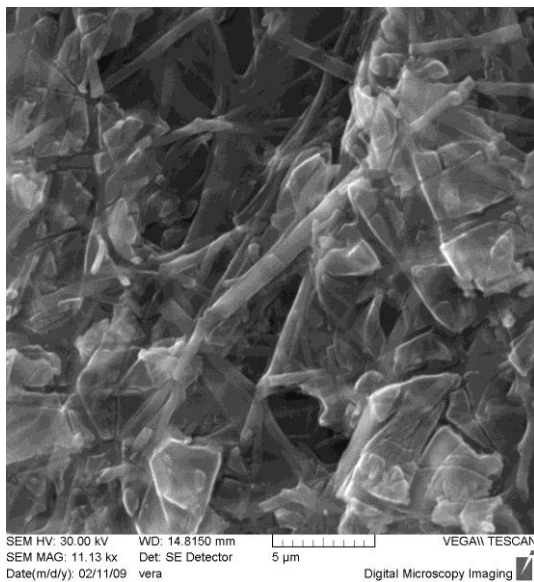
a)



b)



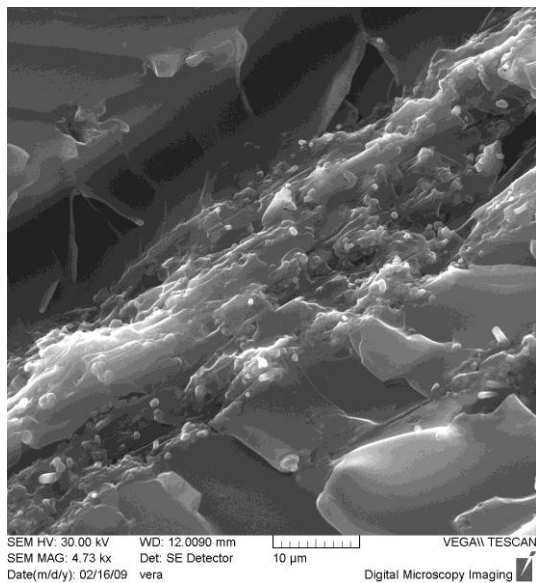
c)



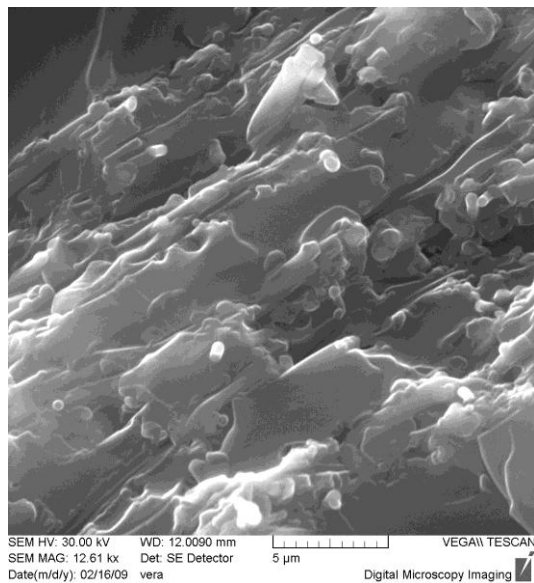
d)

Obr. 3. 63. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice se šupinami vytvořenými z vláken oxidu křemičitého. Obsah plniva 4 dsk. a, b) Uložení šupin v polymerní matrici – pohled z boku. c) Uložení šupiny plniva v matrici – pohled shora. d) Detail části šupiny uložené v polymerní matrici. Rastrovací elektronová mikroskopie.

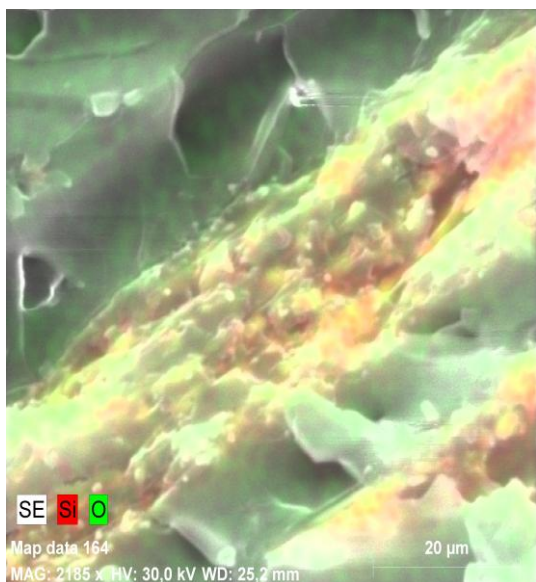
Z obr. 3. 63 a – d) lze usuzovat na poměrně rovnoměrné rozložení šupin vytvořených z vláken oxidu křemičitého v základní matrici. Šupiny jsou spojitě obklopeny polymerem, na rozhraních nejsou patrné volné objemy, které by ukazovaly na nedokonalost styku mezi materiály. Při vzájemném porovnání povrchů šupin před aplikací v polymeru s povrchy šupin použitými jako plnivo je patrná změna související s jejich adhezí k matrici.



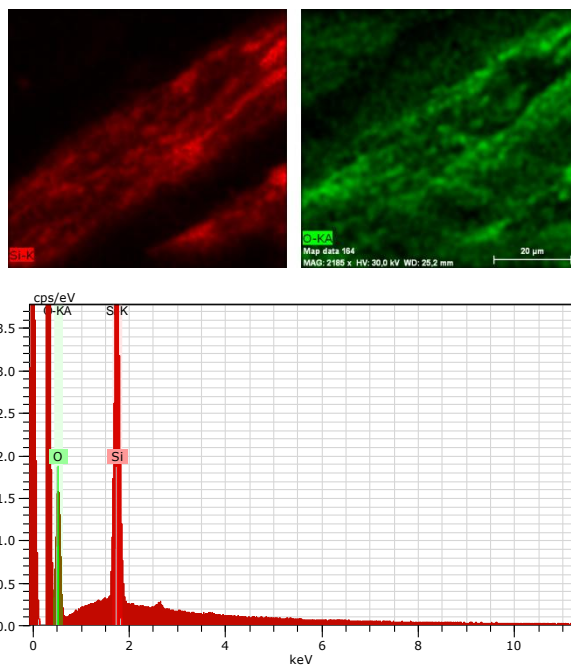
a)



b)



c)



d)

Obr. 3. 64. Lomová plocha vzorku epoxidové pryskyřice se šupinou vytvořenou z vláken oxidu křemičitého použitá pro prvkovou analýzu.

- a) Uložení šupiny v polymerní matrici – pohled z boku. b) Uložení šupiny v polymerní matrici – detailní zobrazení. c) Prvková analýza částice plniva uložené v polymerní matrici. d) Určení prvků v materiálu.  
Rastrovací elektronová mikroskopie. EDAX analýza.

Z obr. 3. 64 je dobře patrné rozložení sledovaných prvků – křemíku a kyslíku indikující vlákna oxidu křemičitého v epoxidové matrici.



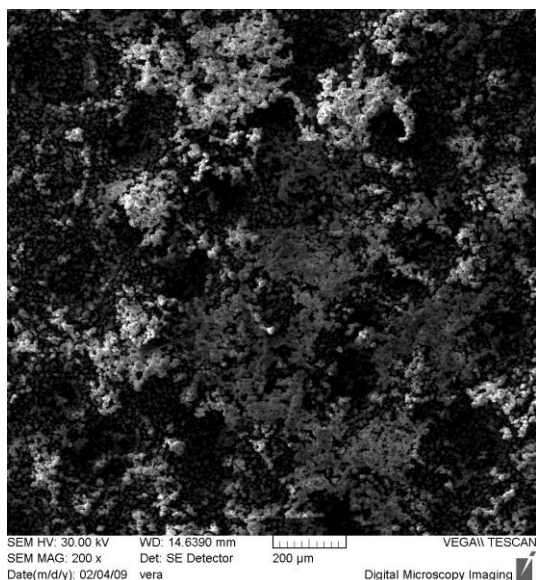
### 3. 4. 2. 17 Epoxidová pryskyřice – částice oxidu železnato-železitého

Částice feromagnetického oxidu železnato-železitého (magnetitu) jsou vázané na polymerní fázi a charakteristické svými velmi malými rozměry. Polymer zde slouží jako nosný, transportní a ochranný prvek. Tento typ plniva byl vybrán pro své charakteristické vlastnosti, polymerní fáze nebyla separována. Nejedná se o běžně používané plnivo kompozitních systémů.

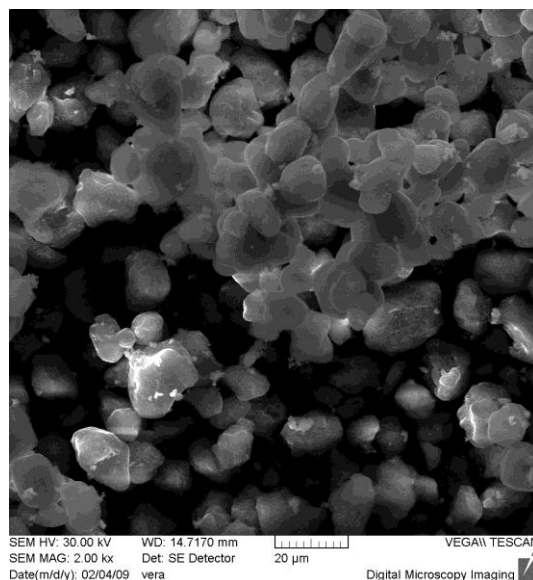
Tabulka 3. 19 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
oxid železnato-železitý	99,9% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	4,9 – 5,1*	agregáty z kulovitých částic	agregáty 10 – 20 μm částice < 1 μm

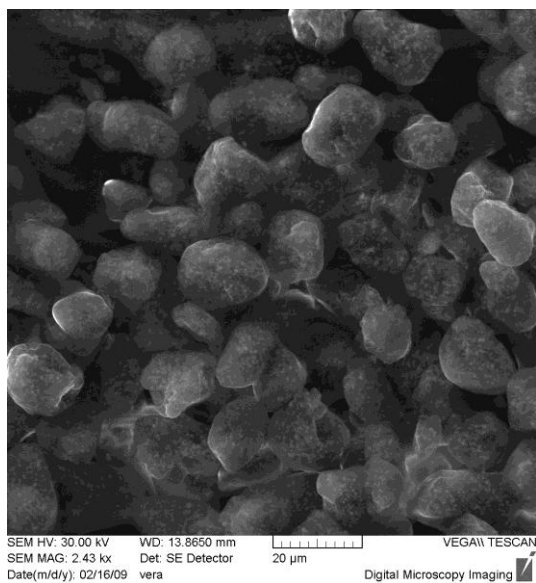
\* hustota kompaktního materiálu



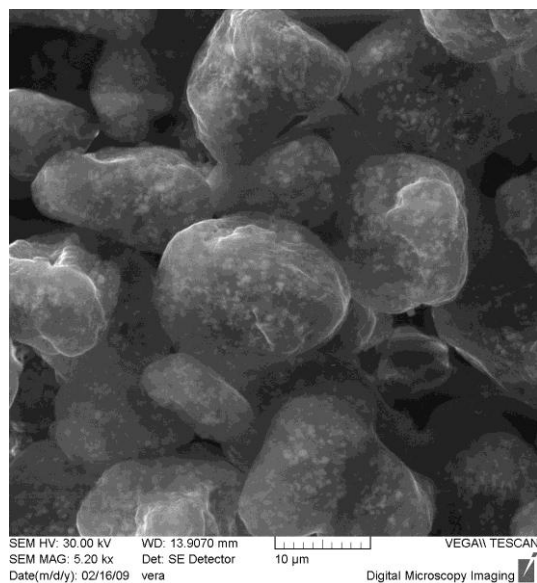
a)



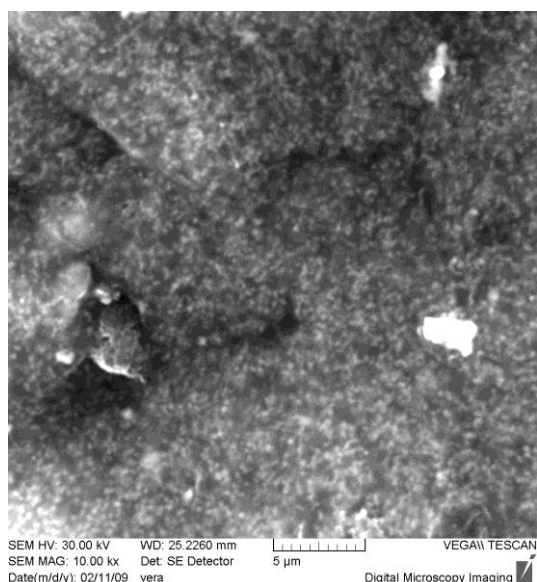
b)



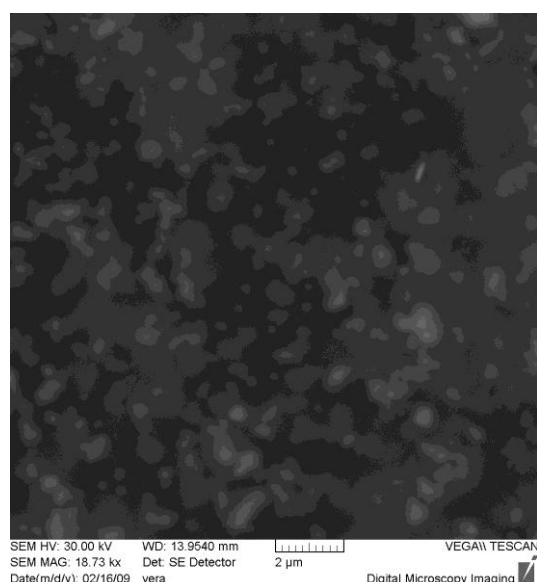
c)



d)



e)



f)

Obr. 3. 65. Částice oxidu železnato-železitého.

a, b) Přehledový snímek ilustrující homogenitu velikosti částic plniva.

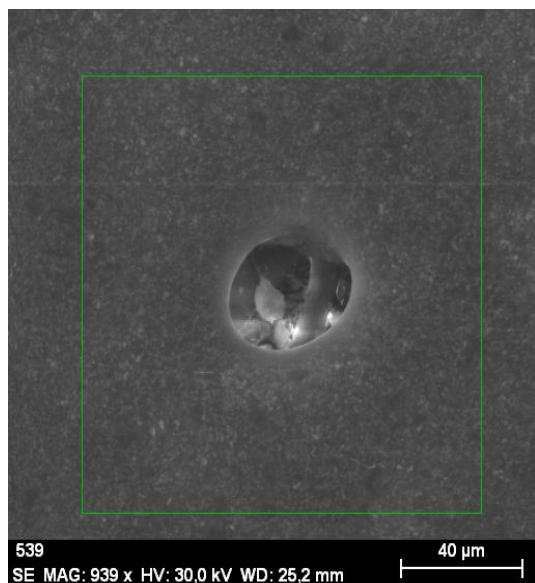
c, d) Rozložení velikostí kulovitých agregátů plniva (oxid železnato-železitý v nosné fázi).

e, f) Jednotlivé částice oxidu železnato-železitého po rozrušení nosné fáze.

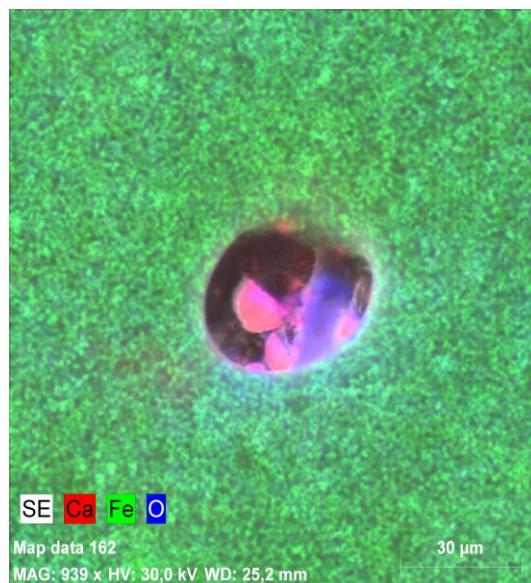
Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 65 a – f) je zřejmé, že se jedná o velmi jemné plnivo umístěné v nosné fázi tvořící kulovité útvary s rozměry od 10  $\mu\text{m}$  do 20  $\mu\text{m}$ . V nosné fázi jsou poměrně dobře patrné submikronové částice kulovitého tvaru.

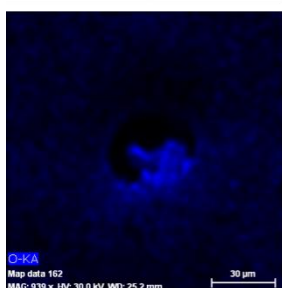
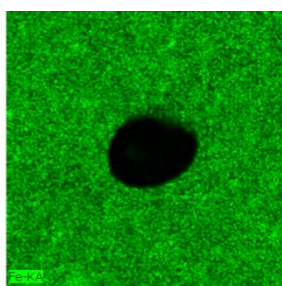
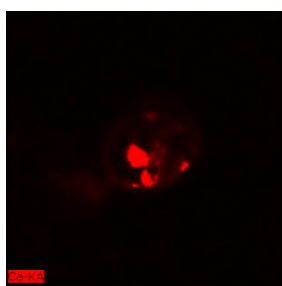




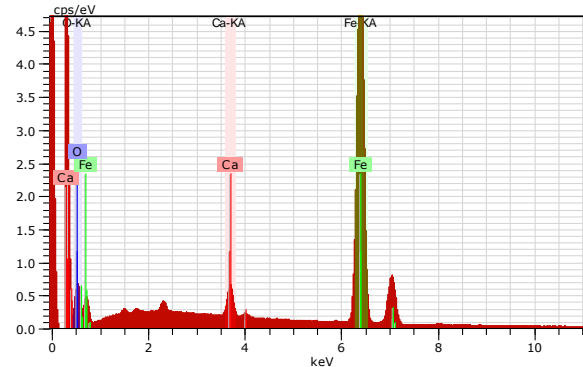
a)



b)



c)



d)

Obr. 3. 66. Částice oxidu železnato-železitého separované z nosné fáze.

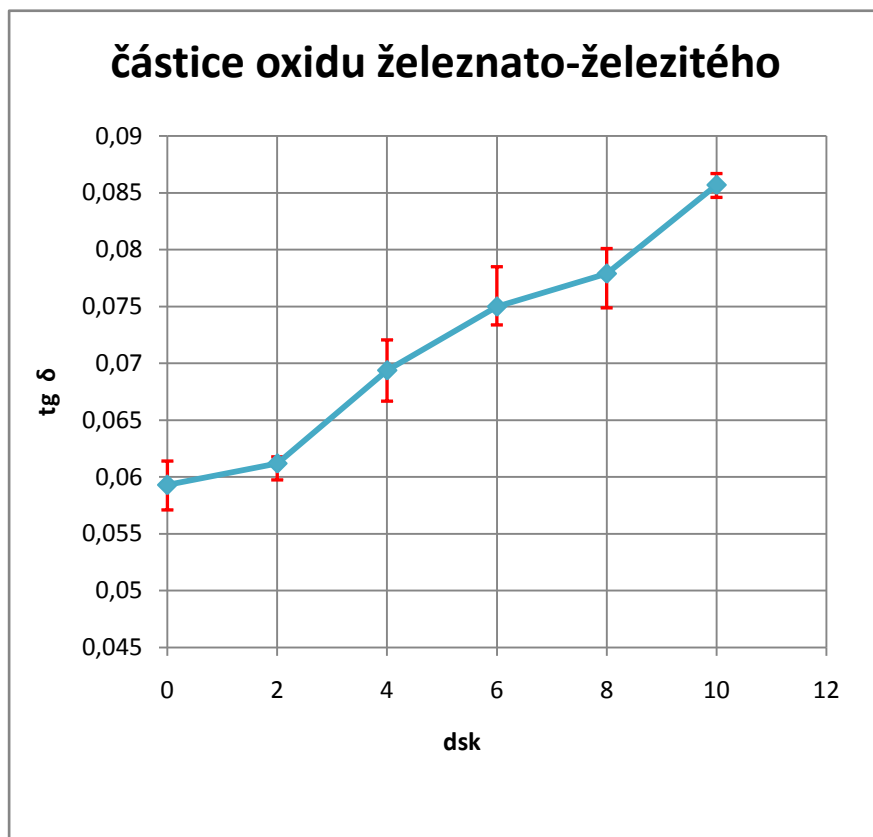
a) Část plochy určená k prvkové analýze, ze které byla odstraněna nosná fáze.

b – d) Prvková analýza provedená na zvolené ploše.

Rastrovací elektronová mikroskopie. EDAX analýza.

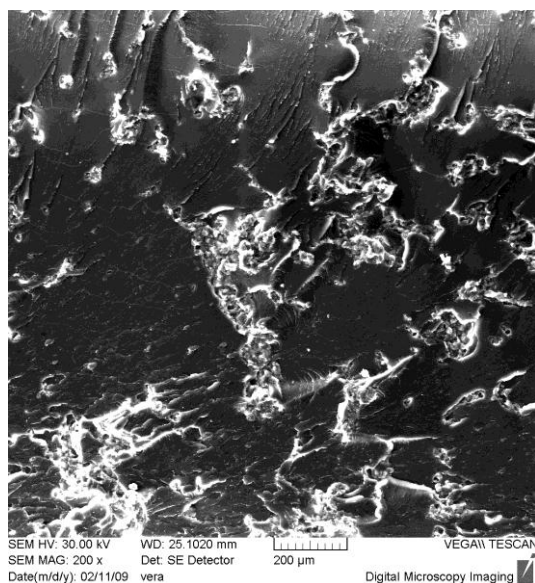
K určení chemického složení byla využita prvková analýza. Na obr. 3. 66 a, b) je patrné rovnoměrné rozložení submikronových částic. Nosná fáze byla odstraněna ohřevem na teplotu

200°C. V dutině uprostřed obrázku bylo identifikováno celulózové vlákno a částice vápníku – nosiče částic po odstranění nosné fáze.

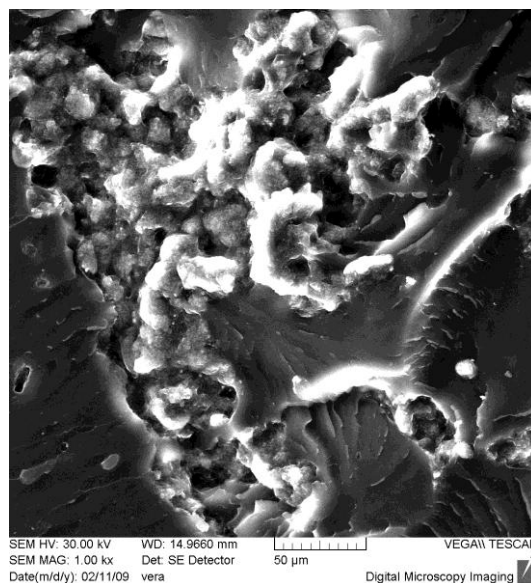


Obr. 3. 67. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic oxidu železnato-železitého v základní epoxidové matrici.

Z grafu na obr. 3. 67 je patrná výrazná závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic oxidu železnato-železitého v nosné fázi umístěných v základní epoxidové matrici. Zvýšení hodnoty ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  pro maximální možné použité plnění (cca 50 obj. %) dosahuje 45 % oproti neplněné epoxidové pryskyřici.



a)



b)

Obr. 3. 68. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi oxidu železnato-železitého v nosné fázi. Obsah plniva 6 dsk. a) Přehledový snímek lomové plochy vzorku.

b) Detailní snímek uložení agregátů (částice oxidu v nosné fázi) v epoxidové matrici.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 68 a, b) je zřejmé nehomogenní rozložení kulovitých částic nosné fáze s oxidem železnato-železitým v základní polymerní matrici. Tyto shluky jsou tvořeny větším nebo menším nakupením jednotlivých kulovitých částic. Z lomové plochy nejsou přímo patrné volné objemy na mezifázovém rozhraní, určité volné prostory lze ale očekávat mezi jednotlivými agregáty. Adhezi na mezifázovém rozhraní je možné považovat za dobrou.

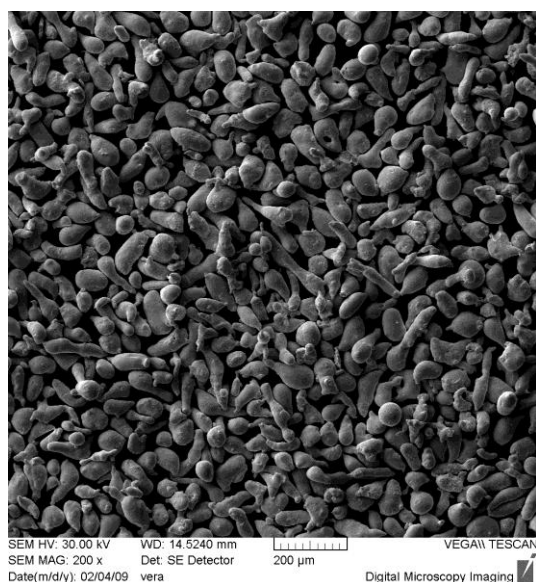
Částice kulovitého tvaru (agregáty) obsahují velmi četné, téměř samostatné částice oxidu železnato-železitého – viz obr. 3. 65. Interakce těchto jemných částic jsou zřejmě zdrojem výrazného tlumícího účinku kompozitního systému.

### 3. 4. 2. 18 Epoxidová pryskyřice – částice olova

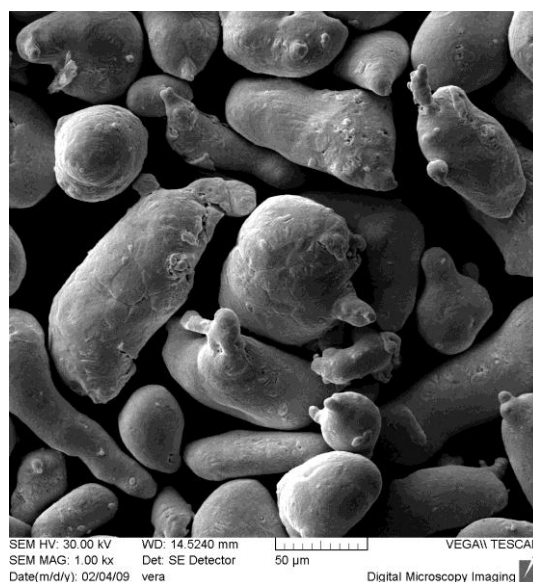
Olověné částice byly vybrány jako modelové plnivo s vysokou hustotou. Částice jsou sférické s hladkým povrchem. Jejich možné použití je vázáno toxicitou olova.

Tabulka 3. 20 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
částice olova	99,9 % Pb	11,3	kulovité částice	částice 50 – 150 μm



a)



b)

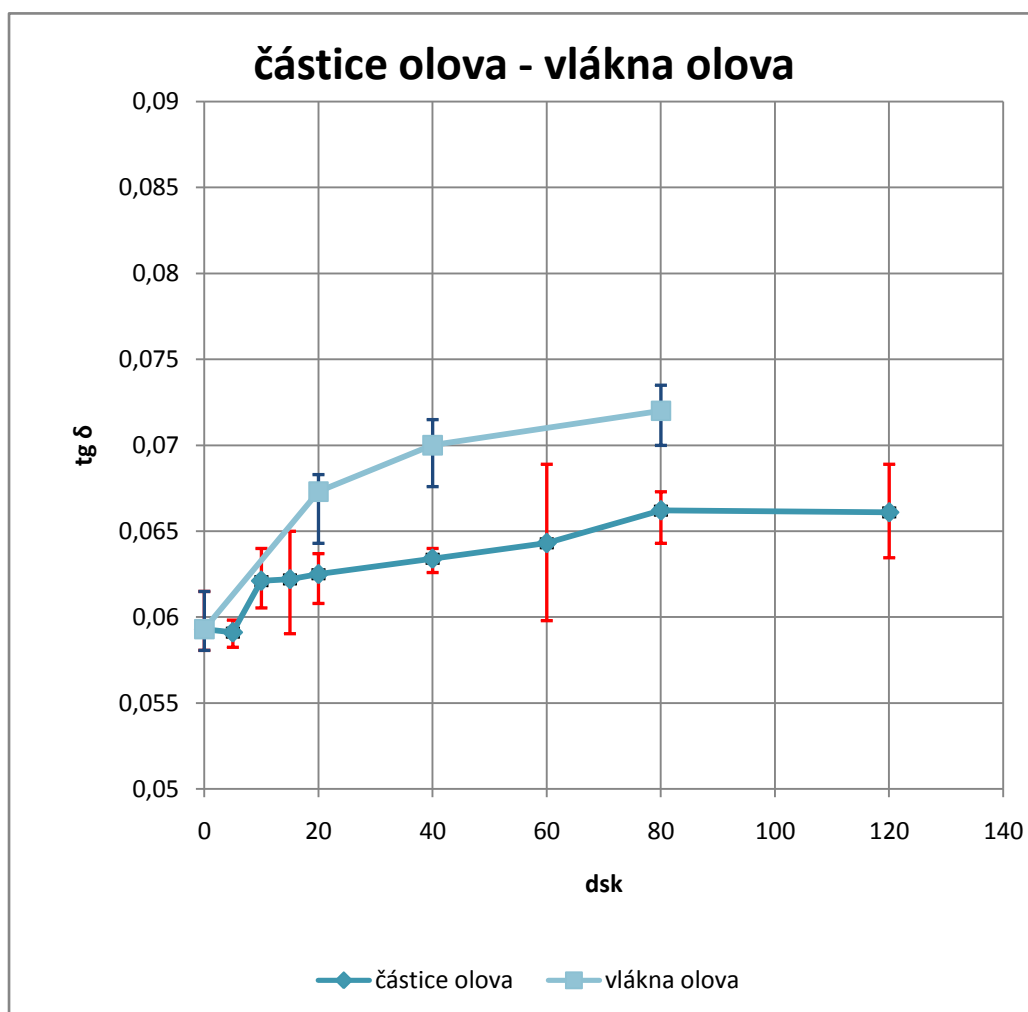
Obr. 3. 69. Částice olova.

a) Částice olova – přehledový snímek.

b) Detailní snímek částic.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 69 je patrné rozložení velikostí částic olova, jejichž rozměry se pohybují od 50 μm do 150 μm. Částice mají kulovitý až oválný tvar s hladkým povrchem – obr. 3. 69 b).

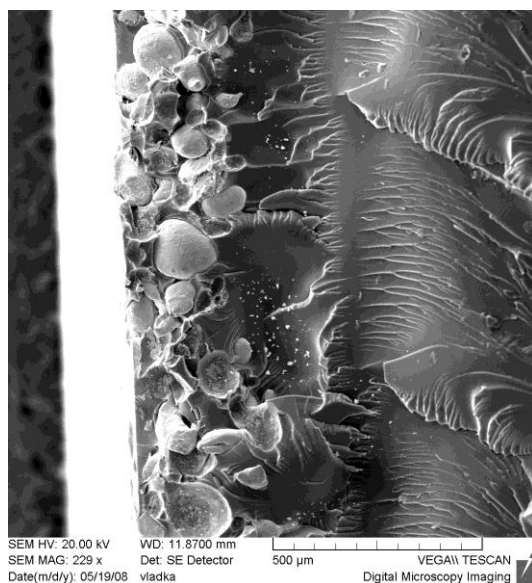


Obr. 3. 70. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic a vláken olova v základní epoxidové matrici

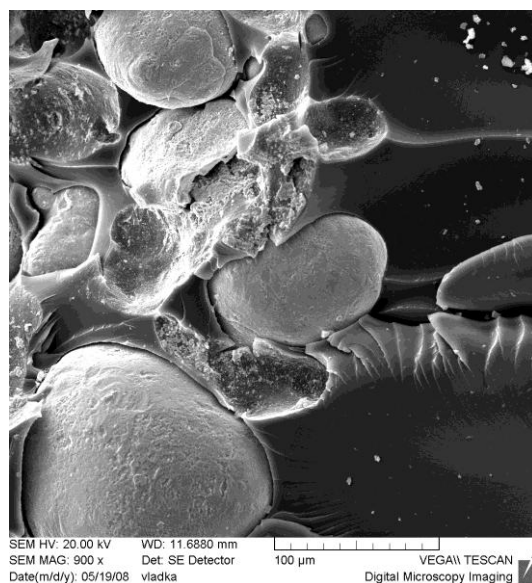
Z grafu na obr. 3. 70 je patrná závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic olova v matrici. Dochází k pozvolnému nárůstu ztrátového činitele, který dosahuje maxima při plnění v oblasti 80 až 120 dsk. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  má monotónní charakter daný kulovitým tvarem částic. Větší rozptyl naměřených hodnot pro jednotlivá plnění je způsoben nehomogenním uložením kulovitých částic s vysokou specifickou hustotou v tloušťce vzorku.

Na obr. 3. 70 je uvedena také závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu plniva ve tvaru vláken. Výrazný rozdíl je způsoben příspěvkem ztrát energie deformací vláken při dynamickém namáhání.

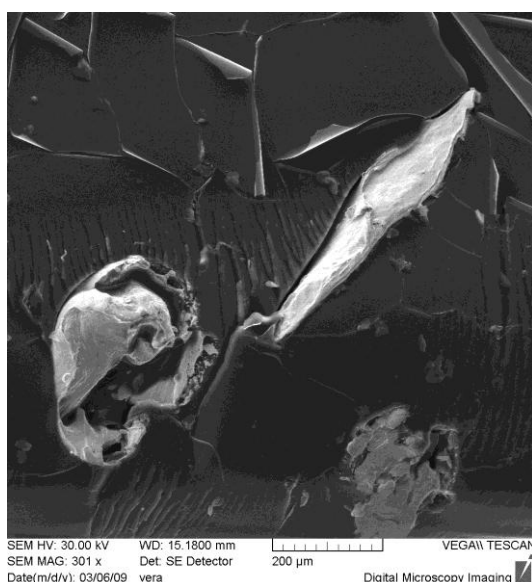
Na porovnání chování částic olova a vláken olova je možné ukázat, že pro účinky tlumení vibrací jsou vláknové kompozity za určitých podmínek použitelné.



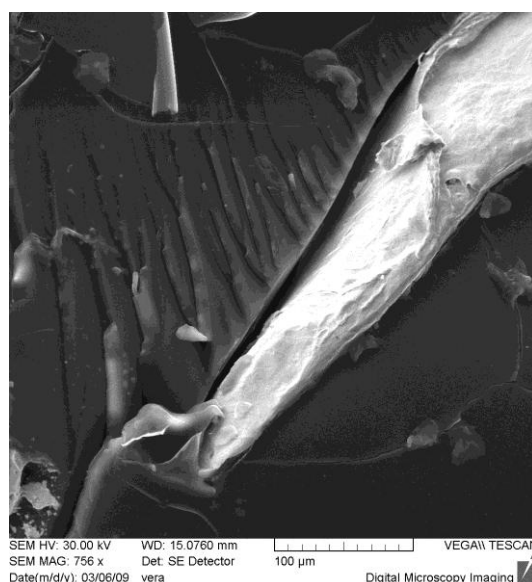
a)



b)



c)



d)

Obr. 3. 71. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi olova (obsah plniva 60 ds) a vlákny olova (obsah plniva 40 ds).

- a) Přehledový snímek lomové plochy s patrnými sedimentovanými kulovitými částicemi.
  - b) Detailní snímek částic s patrnými volnými objemy na mezifázovém rozhraní.
  - c) Přehledový snímek lomové plochy s patrnými vlákny olova.
  - d) Detailní snímek vláknových částic s patrným volným objemem na mezifázovém rozhraní.
- Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 71 a) je dobře patrná nehomogenita vzorku vznikající sedimentací plniva v důsledku značného rozdílu hustot mezi plnivem a polymerní matricí. Částice nejsou

v matrici ukotveny, ze snímku obr. 3. 71 b) jsou velmi dobře vidět volné objemy mezi matricí a plnivem. Adhezi na mezifázovém rozhraní lze považovat za špatnou.

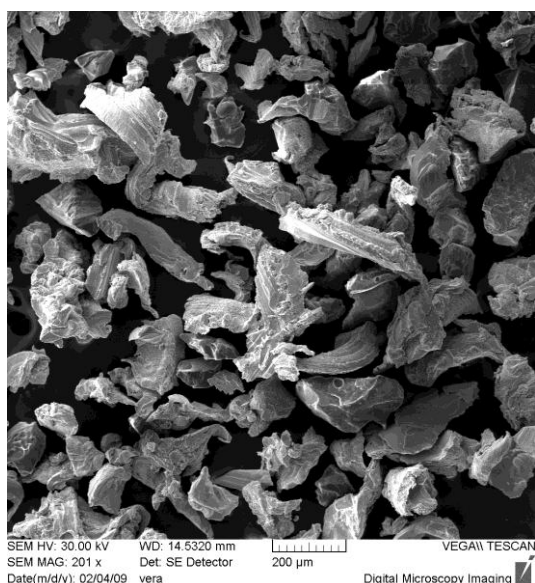
Z obr. 3. 71 c, d) je patrný vláknový charakter plniva. Plnivo nevykazuje dobrou adhezi k polymerní matrici.

### 3. 4. 2. 19 Epoxidová pryskyřice – částice mědi

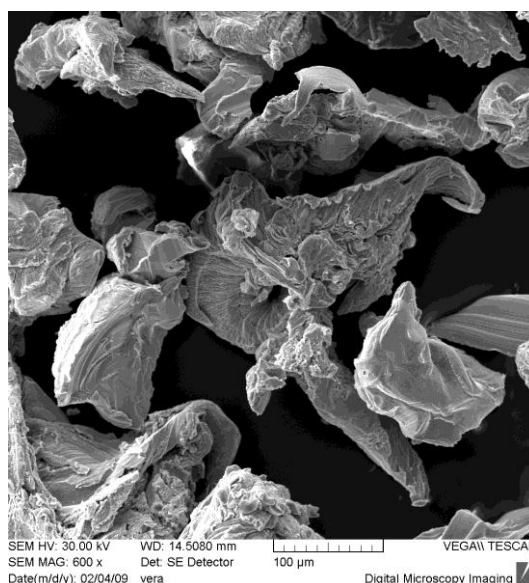
Částice připravené odbroušením kompaktního materiálu byly vybrány jako plnivo vykazující vyšší hustotu, nepravidelný tvar a zvrásněný povrch. Částice tohoto typu nejsou běžně používaným plnivem kompozitních systémů.

Tabulka 3. 21 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
měď	99,9 % Cu	8,9	nepravidelné částice	částice 100 – 300 μm



a)



b)

Obr. 3. 72. Částice mědi.

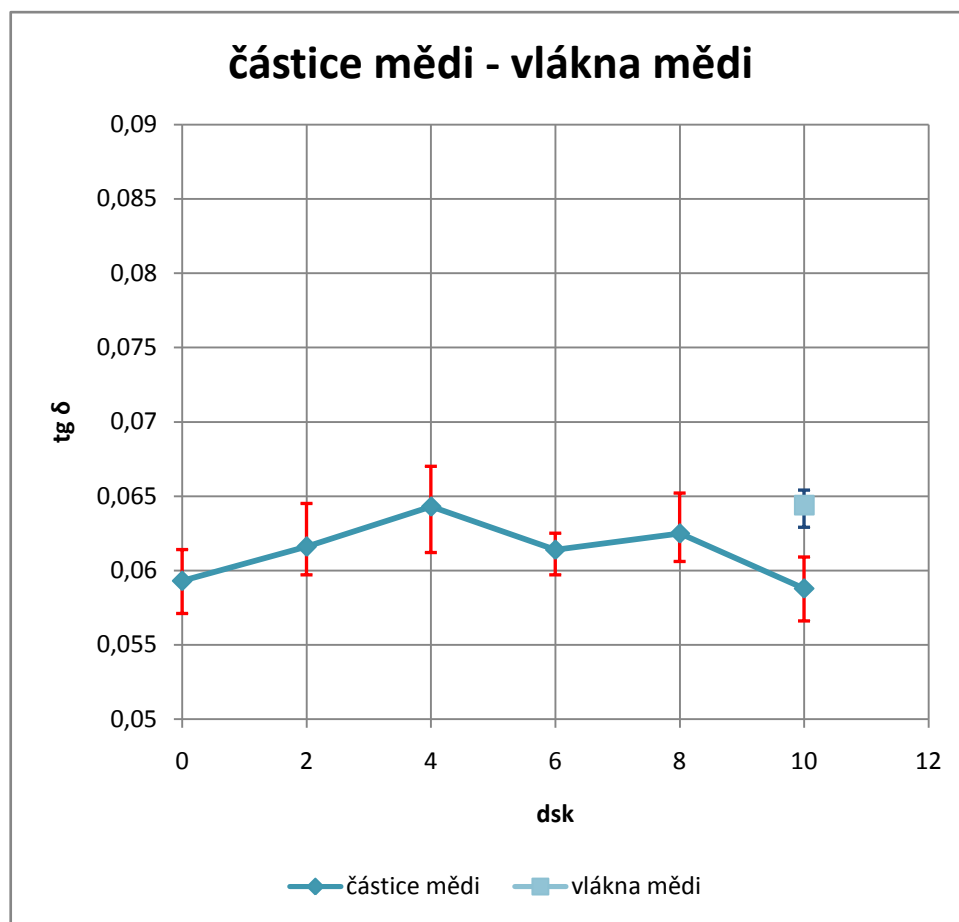
a) Částice mědi – přehledový snímek.

b) Nepravidelný tvar částic mědi – detailní snímek.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 72 a) je zřejmé spektrum velikostí částic použitého plniva. Částice mají nepravidelný tvar a jejich rozměry se pohybují v rozmezí 100 μm až 300 μm. Charakter povrchu a tvaru částic souvisí se způsobem jejich přípravy broušením – viz obr. 3. 72 b).

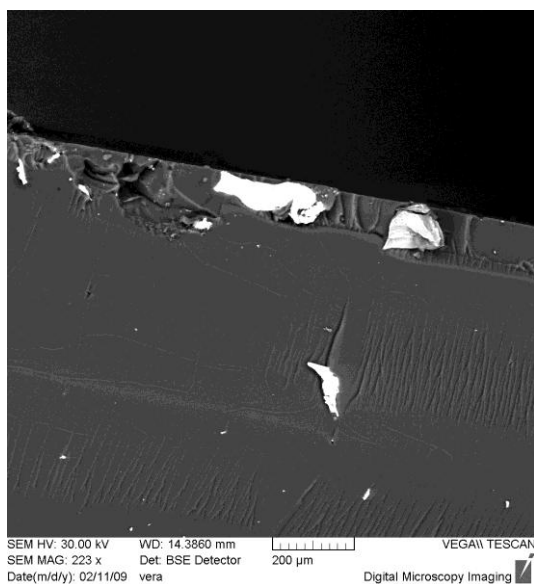




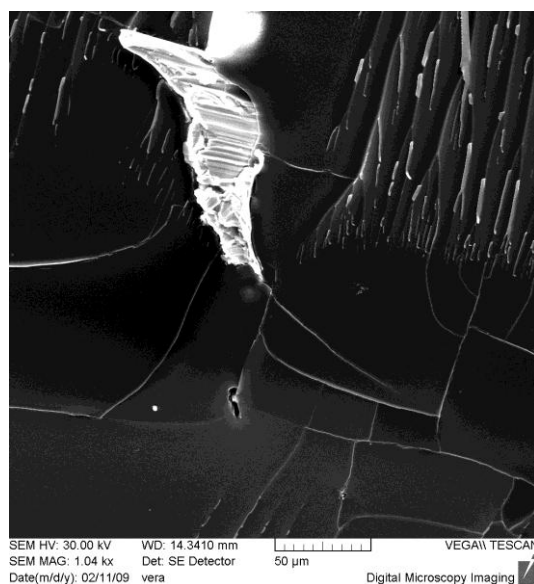
Obr. 3. 73. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu částic a vláken mědi v základní epoxidové matrici.

Z grafu na obr. 3. 73 je patrná nevýrazná závislost hodnot ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$ , která odpovídá zjištěnému působení částic v matrici. Větší rozptyl naměřených hodnot je způsoben ne zcela homogenním rozložením částic s vyšší specifickou hustotou v tloušťce vzorku.

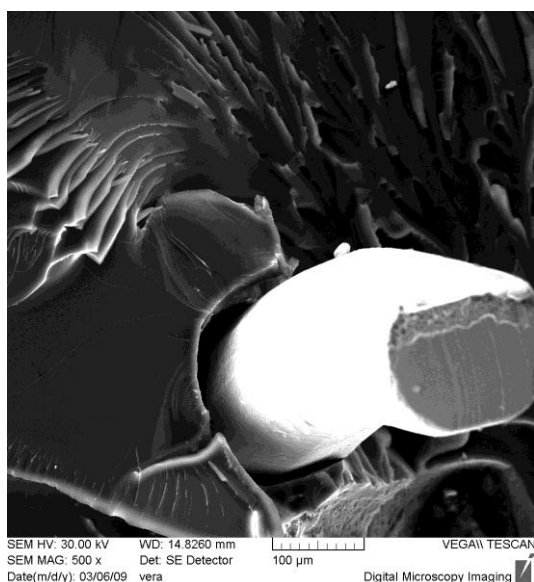
Aplikací vláken (drátků) by mělo být dosaženo vyšších hodnot tlumení. Vysoký modul pružnosti měděných vláken tento předpokládaný účinek potlačuje.



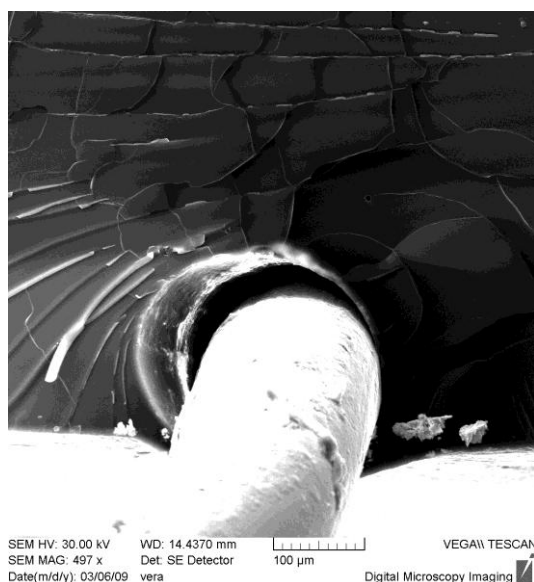
a)



b)



c)



d)

Obr. 3. 74. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice s částicemi (obsah plniva 4 dsk) a vlákny mědi (obsah plniva 10 dsk).

a) Přehledový snímek s patrným nehomogenním uložením částic ve vzorku.

b) Detailní snímek uložení částice v polymerní matrici.

c, d) Detailní snímky uložení vlákna mědi v matrici.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

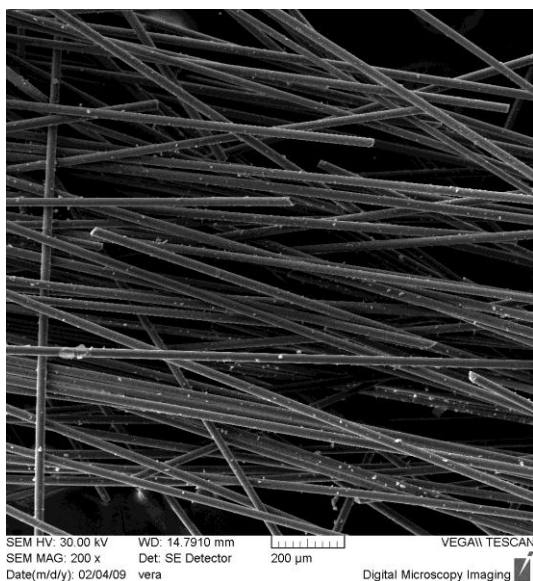
Z obr. 3. 74 je vidět rozložení částic mědi ve vzorku určené detektorem zpětně odražených elektronů. Adheze mezi plnivem a polymerní matricí není dostatečná, při lomu vzorku se částice z matrice uvolňují – viz snímek na obr. 3. 74 a). Na snímku b) je patrná slabá linie na rozhraní částice – matrice. Z obr. 3. 74 c, d) je vidět zcela nezakotvené vlákno mědi v epoxidové matrici.

### 3. 4. 2. 20 Epoxidová pryskyřice – skelná vlákna sekaná

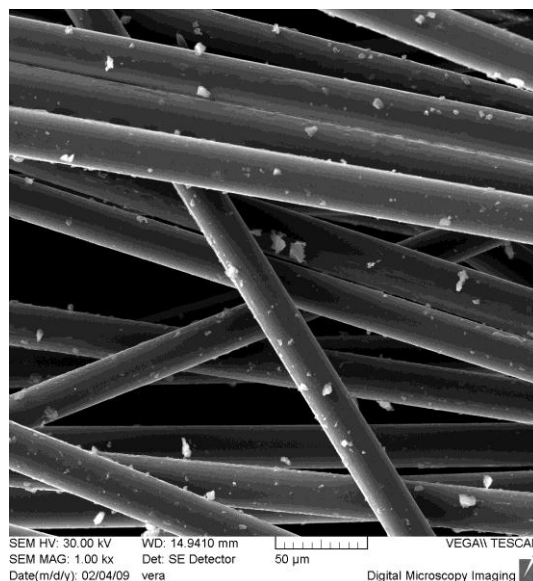
Skelná vlákna jsou běžně využívanými vyztužujícími vlákny kompozitních materiálů s polymerní matricí a byla vybrána do tohoto souboru hodnocených plniv.

Tabulka 3. 22 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
skelná vlákna	60 % SiO <sub>2</sub> 10% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> MgO, CaO, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,5	vlákna	průměr vláken 25 μm délka vláken 2 – 5 mm



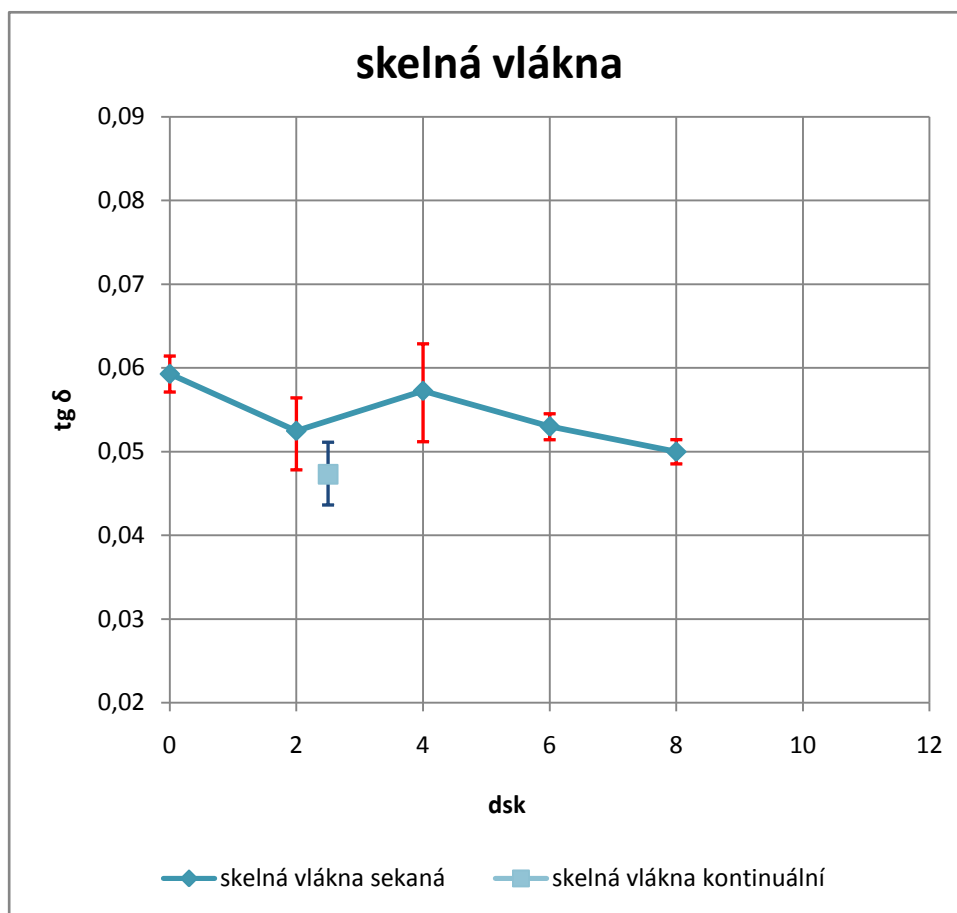
a)



b)

Obr. 3. 75. Skelná vlákna.  
a, b) Přehledové snímky.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

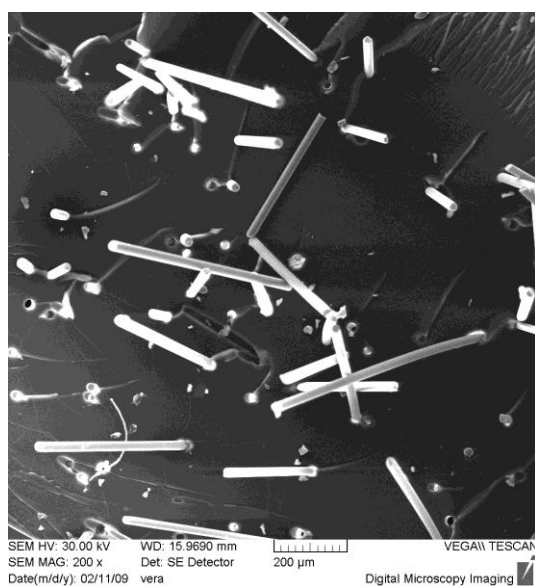
Z obr. 3. 75 a, b) je dobře patrný hladký povrch skelných vláken s částicemi skla.



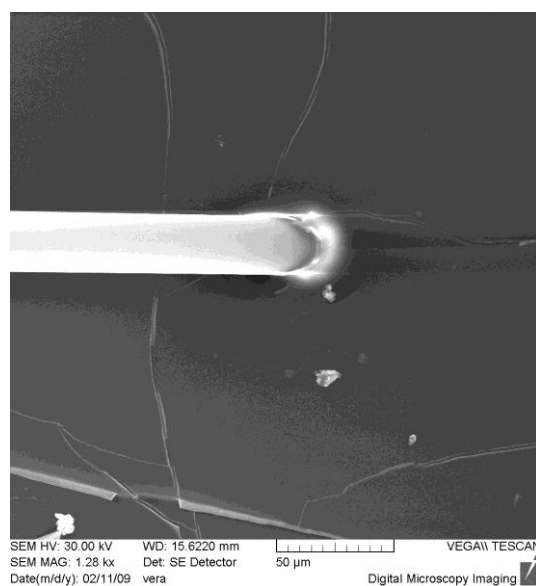
Obr. 3. 76. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu sekaných a kontinuálních skelných vláken v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 76 je patrné, že závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu vláken je nevýrazná, způsobená orientací vláken v objemu vzorku a spektrem jejich délek.

Podélně orientované dlouhé svazky vláken vykazují nižší hodnoty tlumení. Jednosměrná podélná orientace vláken vykazuje očekávanou nižší hodnotu tlumení v důsledku působení materiálu vláken s vysokým modulem pružnosti v matrici. Hodnota ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  při plnění 2,5 dsk je 0,0473.



a)



b)

Obr. 3. 77. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice se sekanými skelnými vlákny  
 Obsah plniva 4 dsk. a) Rozložení sekaných skelných vláken polymerní matrici  
 – přehledový snímek. b) Detailní snímek skelného vlákna v matrici.  
 Rastrovací elektronová mikroskopie.

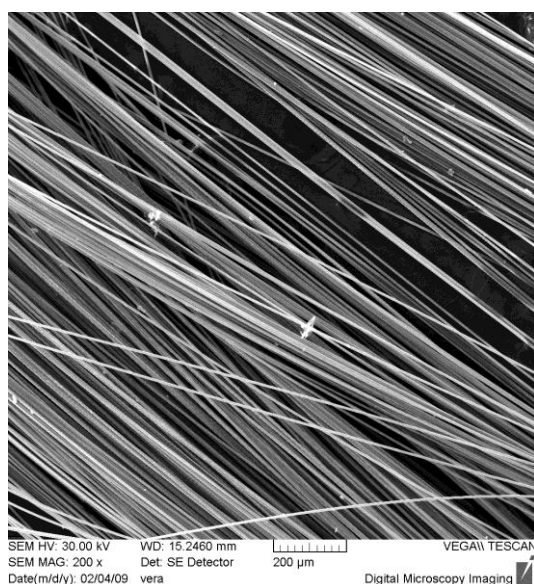
Z obr. 3. 77 a) je patrné vcelku rovnoměrné rozložení sekaných skelných vláken v polymerní matrici. Vzhledem k tomu, že na vláknu není zachycen žádný zbytek matrice – obr. 3. 77 b), nelze adhezi na mezifázovém rozhraní pokládat za dobrou.

### 3. 4. 2. 21 Epoxidová pryskyřice – uhlíková vlákna sekaná

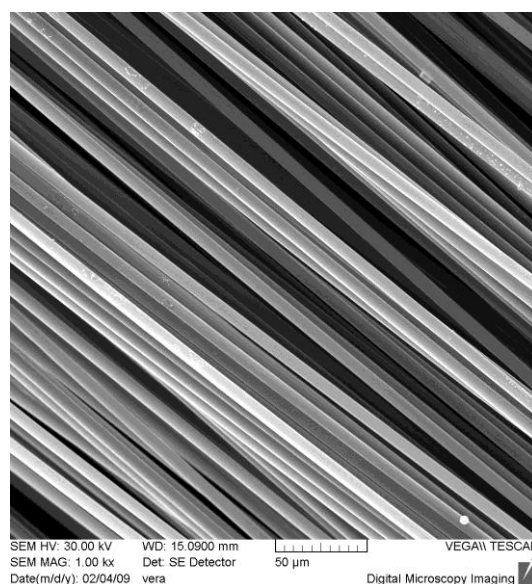
Uhlíková vlákna patří v současnosti do skupiny velmi perspektivních vyztužujících materiálů kompozitních systémů s polymerní matricí, a proto byla zařazena do tohoto souboru plniv.

Tabulka 3. 23 Základní charakteristika použitého plniva

Plnivo	složení	hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	tvar plniva	rozměry plniva [μm]
uhlíková vlákna	99,9 % C	1,5	vlákna	průměr vláken 8 μm délka vláken 2 – 5 mm



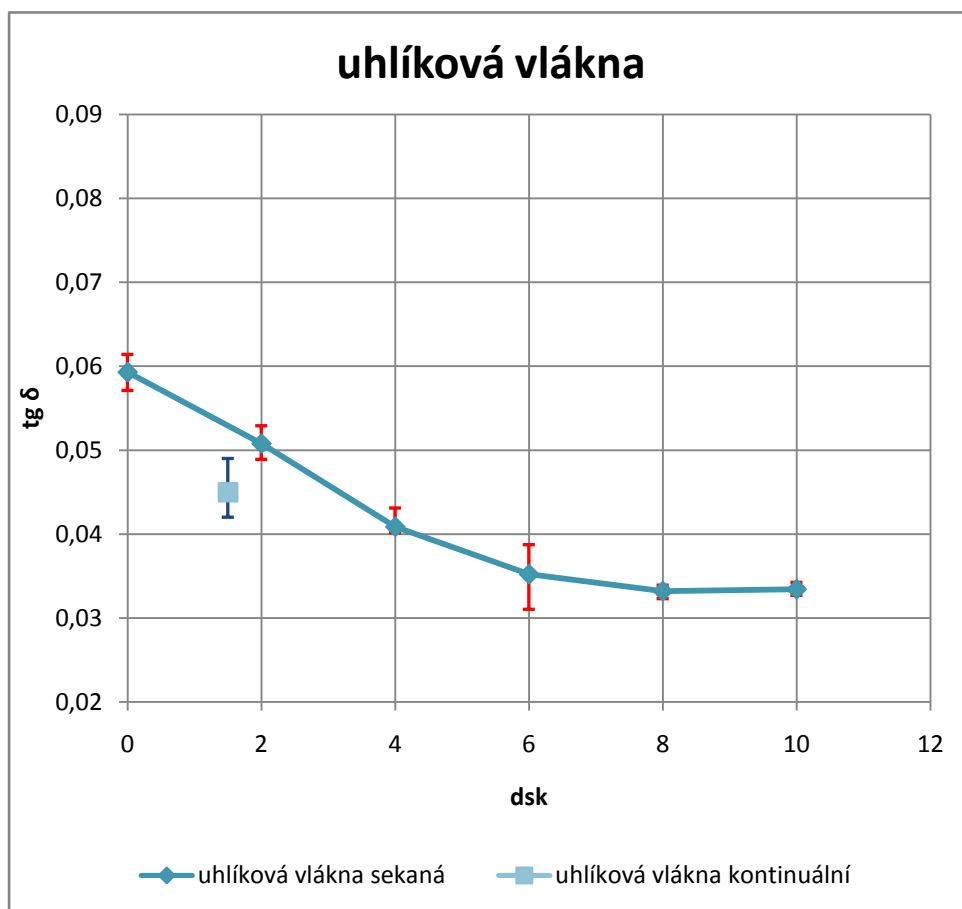
a)



b)

Obr. 3. 78. Uhlíková vlákna.  
a, b) Přehledové snímky vláken.  
Rastrovací elektronová mikroskopie.

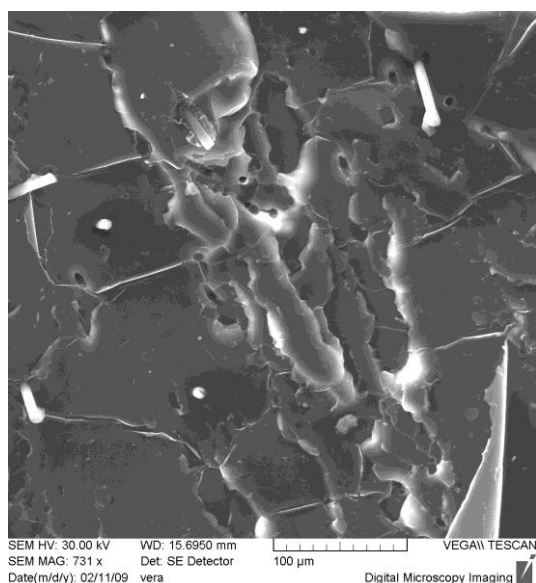
Z obou přehledových snímků obr. 3. 78 a, b) jsou patrné hladké povrchy uhlíkových vláken.



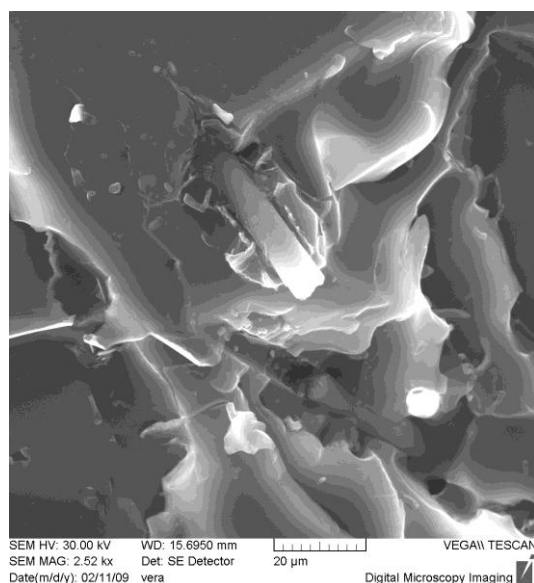
Obr. 3. 79. Závislost ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  na obsahu sekaných a kontinuálních uhlíkových vláken v základní epoxidové matrici.

Z grafu obr. 3. 79 je patrný velmi podstatný pokles ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  v závislosti na obsahu sekaných uhlíkových vláken v polymerní matrici. Tento pokles vypovídá o pozitivním vlivu elastických parametrů vláken na kompozit, o rostoucím vlivu chování uhlíkových vláken v epoxidové matrici a o dobré adhezi na mezifázovém rozhraní. Dobrá adheze na mezifázovém rozhraní je doložena i výsledkem dlouhodobého cyklického namáhání vzorku, při kterém po  $2 \cdot 10^6$  cyklech nedochází ke změně hodnoty ztrátového činitele. Rozdíl mezi hodnotami vnitřního tlumení neplněné epoxidové pryskyřice a vnitřního tlumení systému s vysokým obsahem sekaných uhlíkových vláken je 44 %.

Jednosměrná podélná orientace vláken vykazuje očekávanou nižší hodnotu tlumení v důsledku působení materiálu vláken s vysokým modulem pružnosti a jeho vazby k matrici. Hodnota ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$  při plnění 1,5 dsk je 0,045.



a)



b)

Obr. 3. 80. Lomové plochy vzorku epoxidové pryskyřice se sekanými uhlíkovými vlákny. Obsah plniva 6 dsk. a) Lomová plocha vzorku s uhlíkovými vlákny – přehledový snímek. b) Detailní snímek ukotvení uhlíkových vláken v epoxidové matrici.

Rastrovací elektronová mikroskopie.

Z obr. 3. 80 a) je patrné nerovnoměrné a náhodné rozložení sekaných uhlíkových vláken v polymerní matrici. Při větším zvětšení – obr. 3. 80 b) – jsou vidět na určitých místech vlákna zbytky pryskyřice, což dokládá dobrou adhezi mezi plnivem a polymerem.



## 4 Diskuze výsledků

Obsahem předložené práce je studium vnitřního tlumení v kompozitních materiálech zpracované na základě experimentů provedených na rozsáhlém souboru vzorků materiálů.

Vnitřní tlumení v pevných látkách je zdrojem poznatků o chování reálných materiálů podrobených dynamickému namáhání v oblasti elastických deformací a rozšiřuje tak informace o jejich vlastnostech získávaných statickými zkouškami. Statické namáhání realizované tahovými zkouškami je metodou destruktivní – dynamické namáhání v oblasti malých deformací je citlivou metodou nedestruktivní.

Nezbytné základní pojmy, vztahy a definice jsou uvedeny v teoretické části kap. 2. Do této části jsou zahrnuty přehledně informace o vnitřním tlumení v kovech, polymerech a kompozitních materiálech. Stručně jsou uvedeny metody měření vnitřního tlumení, které jsou dynamickou mechanickou analýzou (DMA) s řadou specifických variant.

Hlavním záměrem a cílem bylo ověření chování plniv v typickém kompozitním systému a to zejména v závislosti na stupni plnění a s ohledem na specifické parametry jednotlivých druhů plniv.

Kompozitní systém navržený pro experimenty byl vytvořen na bázi epoxidové pryskyřice (jako matrice) a nejrůznějších plniv, zahrnujících nejen tradiční materiály, ale i materiály méně obvyklé, různé podstaty a struktury, tvarů a rozměrů (částicové i vláknové), včetně perspektivních materiálů nanostrukturních. Do tohoto systému byla zahrnuta plniva potenciálně využitelná pro kompozitní materiály perspektivní pro útlum vibrací.

Příprava vzorků je popsána v kap. 3. 2 v rozsahu, který dokumentuje podmínky nezbytné pro jejich tvorbu. Kritériem hodnocení výsledků byl ztrátový činitel tlumení  $\tan \delta$ , mikroskopické hodnocení lomových ploch kompozitních vzorků, ilustrační mikroskopické snímky jednotlivých plniv a orientační rozbor jejich chemického složení.

Měření vnitřního tlumení je věnována kap. 3. 3, kde je popsána metoda a použité měřicí zařízení. Realizované zařízení a optimalizace jeho provedení je výsledkem řady orientačních měření, kdy byly hodnoceny možnosti buzení volných kmitů, jejich snímání, záznam a vyhodnocení průběhu. Jeho parametry splňují požadavky na citlivost, stabilitu a reprodukovatelnost měřených hodnot a ve spojení s paměťovým osciloskopem vytváří systém umožňující dosažení spolehlivých výsledků. Doplnkem je přípravek pro dlouhodobé cyklické namáhání vzorků kompozitních materiálů. Blokova schémata jsou uvedena na obr. 3. 4 a obr. 3. 8. Toto přístrojové vybavení bylo pořízeno s vynaložením nízkých nákladů a může plně zastoupit drahé komerční přístroje.

Měření vnitřního tlumení bylo provedeno na nízkých frekvencích daných parametry vzorků (v okolí 50 až 70 Hz), při konstantní výchozí amplitudě kmitů a laboratorní teplotě

22°C, která je v aplikacích běžná a zároveň je nižší než teplota skelného přechodu pro epoxidovou pryskyřici (48°C).

Výsledky měření jsou zatíženy také vlivem přídavného tlumení podmíněného tím, že v okolí vzorku je vzduchové prostředí. V současnosti používané metody DMA tuto skutečnost neuvádějí, stejně jako autoři uvedených prací [13, 17, 21, 22, 23, 24]. Měření by měla být prováděna za sníženého tlaku (cca  $10^{-3}$  mm Hg). Pokud mají výsledky poskytnout údaje pro vzájemné posouzení materiálů, tedy relativní hodnoty, je možné tento vliv pominout.

Zjištěná časová závislost ztrátového činitele tlumení  $\text{tg } \delta$  a současně časová závislost pevnosti v tahu [27] je novým a důležitým výsledkem. V literatuře [25] se považuje doba vytvrzování 48 hodin za postačující k dosažení konečných fyzikálně-mechanických parametrů. Všechna měření by měla být proto prováděna po 20 ti dnech od zhotovení vzorků. Autoři [21, 22, 28, 29, 30, 31] tuto časovou závislost neuvádějí, měření provádějí na materiálech podrobených temperování. Temperování nebylo použito, aby nedošlo k ovlivnění vlastností kompozitů na mezifázovém rozhraní.

Sledování vnitřního tlumení bylo provedeno na souboru 21 vybraných plniv zahrnujících různé kovové materiály (měď, olovo, litina s lupínkovým grafitem), oxidy (oxid železitý, oxid železnato-železitý, oxid titaničitý, oxid křemičitý), karbid křemíku, montmorillonit, syntetický zeolit, grafit, aktivní uhlí, práškový hliník a mosaz, uhlíková a skelná vlákna (sekaná) a materiály organického původu zastoupené korkem, brusnou dřevovinou a bambusem.

Soubor plniv pokrývá látky tvarově a rozměrově různé v širokém rozsahu (makroskopické, mikroskopické, nanostrukturní). Jsou záměrně vybrána plniva tvořící částice pravidelné i nepravidelné a vlákna nedokonalá i dokonalá.

V jednotlivých oddílech kap. 3. 4 je podrobněji popsán vliv všech použitých druhů plniv na velikost vnitřního tlumení při různém stupni plnění ve srovnání s neplněnou maticí.

Kovové částice (měď, olovo, litina s lupínkovým grafitem), oxidy (oxid železitý, oxid titaničitý, oxid křemičitý), karbid křemíku, grafit, aktivní uhlí a syntetický zeolit nevykazují významnější vliv na hodnoty ztrátového činitele  $\text{tg } \delta$ . Více či méně zakotvené částice plniva jsou při dynamickém namáhání vzorků unášeny maticí, nedochází k jejich deformacím a z toho plynoucím ztrátám energie. Částice tedy nepřispívají k nárůstu tlumení. Tato skutečnost byla potvrzena na všech těchto plnivech.

Výsledky jsou v relaci s údaji v monografii [19], kde problematice vnitřního tlumení v kompozitních systémech není však věnována větší pozornost. Mezifázové rozhraní a adheze na něm není u těchto plniv rozhodující, ačkoliv řada autorů [13, 28, 29, 32, 33] považuje adhezi na mezifázovém rozhraní pro tlumení za podstatnou.

Ta částicová plniva, jejichž charakteristickým tvarem jsou šupiny malé tloušťky a rozdílné specifické hustoty (mosaz, hliník), se svým vlivem na tlumení při různém stupni plnění liší. Tuhé částice mosazi se při dynamickém namáhání nedeformují a nepřispívají k tlumení, i když je jejich objemový podíl v matici vysoký. Lehké částice hliníku, orientace navrstvených

šupin, jejich deformace a vzájemné tření při kmitavém pohybu jsou zdrojem energetických ztrát a růstu ztrátového činitele  $\tan \delta$ . Částice této geometrie a typu nebyly pravděpodobně dosud studovány.

Samostatnou skupinou plniv jsou látky organického původu se specifickou hustotou menší než epoxidová matrice. Částice brusné dřevoviny se strukturou tvořenou celulóзовými vlákny se na tlumení v kompozitu nepodílí. Krátké svazky bambusových vláken rozmístěné nahodile v matrici se na závislosti tlumení při jejich různém obsahu projevují poklesem i nárůstem ztrátového činitele  $\tan \delta$  způsobené zřejmě složitými mechanismy interakce plniva a matrice. Tato plniva se většinou používají ke snížení ceny kompozitních materiálů. Nepravidelné částice korku naopak vykazují nárůst ztrátového činitele  $\tan \delta$  s obsahem plniva. Zdrojem tlumení jsou v tomto případě ztráty energie způsobené deformací jednotlivých částic.

Do souboru sledovaných plniv byly zařazeny i dva materiály s neobvyklou strukturou. Jsou to šupiny oxidu křemičitého a částice oxidu železnato-železitého.

Velmi tenké šupiny oxidu křemičitého jsou tvořeny sítí nahodile uložených submikronových vláken. Tyto šupiny aplikované jako speciální plnivo vykazují selektivní chování v použité matrici – maximum ztrátového činitele tlumení  $\tan \delta$  je při obsahu šupin v okolí 4 dsk. Výsledek je obrazem mechanismů, ke kterým při dynamickém namáhání dochází. Je to jednak interakce šupin s matricí, jednak kluzné pohyby submikronových vláken v šupinách. Lze usuzovat, že ztráty energie ve vláknech a mezi vlákny jsou příčinou maxima tlumení. S růstem obsahu plniva ztrátový činitel  $\tan \delta$  klesá, protože se celý systém zpevňuje a částice jsou více fixovány a unášeny matricí. Stupeň plnění ovlivňuje chování kompozitu jako celku. Šupiny oxidu křemičitého je možno považovat za nový druh plniva, který nebyl sledován a který je vývojovým produktem tuzemské společnosti Elmarco s r. o.

Oxid železnato-železitý ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$  - magnetit) je možné považovat za nanostrukturální materiál. Nanočástice ve formě agregátů i samostatných částic byly aplikovány v polymerní nosné fázi jak je patrné z obr. 65 a obr. 68. Výrazný růst činitele tlumení  $\tan \delta$  je způsoben rostoucím podílem částic v matrici. Lze se domnívat, že interakce samostatných částic s prostředím nosného polymeru vytváří energetické ztráty v agregátech a výsledkem je monotónní výrazný růst ztrátového činitele tlumení  $\tan \delta$ . Vysvětlení rovnoměrného růstu ztrátového činitele tlumení  $\tan \delta$  odpovídá zvyšujícímu se počtu částic v systému – příspěvky jednotlivých částic se sčítají a tlumení tudíž roste. Údaje publikované o chování tohoto oxidu v kompozitních systémech [34] byly však sledovány pouze na částicích mikrometrových rozměrů.

Šupiny  $\text{SiO}_2$  a částice  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  jako plnivo kompozitních materiálů a jejich specifické chování nebyly dosud podle dostupných zdrojů ve světové odborné literatuře zpracovány.

K plnivům kompozitních materiálů patří i čisté kovy s vysokou specifickou hustotou. Byly sledovány dva druhy částic kovů: měděné s nepravidelným tvarem částic a olověné s přibližně kulovitým tvarem částic. Olovo s vysokou specifickou hustotou má nízký modul

pružnosti (15 – 17 GPa), měď se specifickou hustotou nižší má naopak modul vyšší (120 – 130 GPa).

Adheze částic mědi v matrici je nízká. Při dynamickém namáhání jsou částice matricí pouze unášeny, nejsou deformovány a nepřispívají k výraznému tlumení. Stejně tak vlákna nevykazují větší vliv na vnitřní tlumení.

Částice olova jsou deponovány v matrici také s nízkou adhezí a při dynamickém namáhání jsou jí unášeny bez výraznějších deformací. Jejich příspěvek k tlumení je malý.

Mezifázovému rozhraní a jeho vlivu na parametry kompozitních systémů byla věnována v literatuře značná pozornost. Vlivu vlastního plniva, jeho elastickým vlastnostem, struktuře a geometrii byla věnována pozornost mnohem menší. Na základě provedených experimentů a měření se ukazuje, že plnivo může mít na vnitřní tlumení značný vliv.

Záměna kulovitých částic olova za vlákna se projevuje patrným růstem vnitřního tlumení, způsobeným deformací částic a přeměnou této deformační energie v teplo.

Z porovnání chování částic a vláken kovů plyne závěr potvrzený provedenými měřeními, že účinnějšího tlumení v kompozitních materiálech je možné dosáhnout vláknovými plnivými s vyšší specifickou hustotou a nízkým modulem pružnosti, kde se uplatní ztráty energie způsobené deformací samotných vláken. Obdobné výsledky zjištěné na tenkých vláknech pokrytých olověnými vrstvami jsou uvedeny také v pracích [35, 36].

Vláknová plniva s vysokým modulem pružnosti (skelná, uhlíková, kevlarová), která se běžně používají pro podstatné zvýšení mechanických parametrů kompozitních materiálů, nejsou ale vhodná pro materiály požadované pro tlumení vibrací.

## 5 Závěr

Práce je širě pojatou experimentální studií vnitřního tlumení v kompozitních materiálech s typickými a atypickými plnivy.

Záměrem a současně cílem bylo zmapování vlivů plniv na vnitřní tlumení z řady hledisek. Byla ověřena vhodnost nedestruktivní metody měření vnitřního tlumení k hlubšímu poznání strukturních vlastností kompozitních materiálů.

Vliv jednotlivých druhů plniv na vnitřní tlumení ve sledovaném kompozitním systému byl hodnocen z hlediska jejich podílu v polymerní matici, velikosti, tvaru a povrchu částic a umístění ve vzorku. Základním kritériem hodnocení vnitřního tlumení vzorků byl ztrátový činitel  $\tan \delta$  a hodnocení snímků lomových ploch vzorků.

Z rozsáhlého souboru měření a získaných výsledků uvedených v diskuzi je možno poukázat zejména na následující:

- 1) Částice plniva, jejichž modul pružnosti je nízký a současně se tvarem liší od částic kulovitých, mají výrazný vliv na růst tlumení v důsledku deformací při kmitech nosné matrice. Deformační energie je zdrojem ztrát a příčinou růstu tlumení. Kulovité částice a částice s vysokým modulem pružnosti se téměř nedeformují a k tlumení tudíž nepřispívají.
- 2) Závislost ztrátového činitele tlumení  $\tan \delta$  na stupni plnění má v některých případech (např. u velmi tenkých šupin vytvořených vlákny na bázi oxidu křemičitého) specifický charakter a vykazuje lokální maximum při určitém plnění, které je obrazem interakcí submikronových vláken s maticí.
- 3) Výrazný nárůst ztrátového činitele tlumení v závislosti na stupni plnění zjištěný u nanočástic oxidu železnato-železitého (deponovaných v polymerní fázi) je důsledkem interakce samostatných částic s prostředím nosného polymeru a energetických ztrát v těchto agregátech.

Provedená studie je zároveň zdrojem námětů pro další výzkum, do kterého mohou být zapojeni i studenti v magisterském a doktorském studijním programu.

Práce svým zaměřením spadá do řešení úkolu MŠM 4674788501 – Optimalizace vlastností stojů v interakci s pracovními procesy a člověkem.

## 6 Literatura

- [1] Postnikov, V. S. Vnutrennee trenie v metallach. Izdatelstvo Metallurgija, Moskva, 1969.
- [2] Novik, A., Berri, B. Relaksacionnye javlenija v kristallach. Atomizdat, Moskva, 1975.
- [3] Krištal, M. A., Piguzov, Ju., V., Golovin, S. A. Vnutrennee trenie v metallach i splavach. Izdatelstvo Metallurgija, Moskva, 1964.
- [4] Menard, K. P. Dynamic mechanical analysis. A practical introduction. CRC Press, 1999.
- [5] Píšek, F., Jeníček, L., Ryš, P. Nauka o materiálu I. Nauka o kovech 2. Svazek – Vlastnosti kovů. 2. vydání. Academia, Praha, 1968.
- [6] Sperlink, L. H. Introduction to physical polymer science. 2<sup>nd</sup> ed., New York, John Wiley & Sons, Inc. 1992.
- [7] Meissner, B., Zilvar, V. Fyzika polymerů. SNTL, Praha, 1987.
- [8] Rao, M. D. Recent applications of viscoelastic damping for noise control in automobiles and commercial airplanes. In: Journal of Sound and Vibration 262 (2003) 457 – 474.
- [9] Trakulsujarithchok, T., Hourston, D. J. Damping characteristic and mechanical properties of silica filled PUR/PEMA simultaneous interpenetrating polymer networks. In: European Polymer Journal 42 (2006) 2968 – 2976.
- [10] Chung, D. D. L. Composite Materials: Science and Application, Springer-Verlag, 2<sup>nd</sup> ed., London, 2004.
- [11] Chung, D. D. L. Structural composite materials tailored for damping. In: Journal of Alloys and Compounds 355 (2003) 216 – 223.
- [12] Remillat, C. Damping mechanism of polymers filled with elastic particles In: Mechanics of Materials. 39 (2007) 525 – 537.
- [13] Gu W. Interfacial Adhesion Evaluation of Uniaxial Fiber-Reinforced-Polymer Composites by Vibration Damping of Cantilever Beam. PhD Thesis. Blacksburg USA, 1997.
- [14] He, L. H., Liu, Y. L., Damping behavior of fibrous composites with viscous interface under longitudinal shear loads. In: Composite Science and Technology 65 (2005) 885 – 860.
- [15] Mielczarek, A., Riehemann, W., Trojanová, Z., Lukáč, P. Damage in fiber reinforced and unreinforced AZ91 studied by internal friction. In: Materials Science and Engineering A 462 (2007) 230 -233.
- [16] Chandra, R., Singh, S. P., Gupta, K. A study of damping in fiber-reinforced composites. In: Journal of Sound and Vibration 262 (2003) 475 – 496.
- [17] Sharma, S. C., Krishna, M., Shashishankar, A., Vizhian, S. P. Damping behaviour of aluminium /short glass fibre composites. In: Materials Science and Engineering A 364 (2004) 109 – 116.

- [18] Havlíčková, M. Vliv plniva na dynamické vlastnosti lineárního polyetylénu. Disertační práce. VUT Brno, 1980.
- [19] Bareš, R. Kompozitní materiály. SNTL, Praha, 1988.
- [20] Navrátil, M., Pluhař, O. Měření a analýza mechanického kmitání. Metody a přístroje. SNTL, Praha, 1986.
- [21] Chandradass, J., Kumar, M. R., Velmurugan, R. Effect of nanoclay addition on vibration properties of glass fibre reinforced vinyl ester composites In: *Materials Letters* 61 (2007) 4385 – 4388.
- [22] Rajoria, H., Jajili, N. Passive vibration damping enhancement using carbon nanotube – epoxy reinforced composites. In: *Composite Science and Technology* 65 (2005) 2079 – 2093.
- [23] Tanimoto, T. A new vibration damping CFRP material with interlayers of dispersed piezoelectric ceramic particles. In: *Composite Science and Technology* 67 (2007) 213 – 221.
- [24] Mahmoodi, S. N., Jajili, N., Khadem, S. E. An experimental investigation of nonlinear vibration and frequency response analysis of cantilever viscoelastic beams. In: *Journal of Sound and Vibration* 311 (2008) 1409 – 1419.
- [25] Lidařík, M. Epoxidové pryskyřice. 3. vydání, SNTL, Praha, 1983.
- [26] Firemní literatura. ChS-Epoxy 371 – epoxidová pryskyřice. Ústí nad Labem. Spolek pro chemickou a hutní výrobu a.s., 1990.
- [27] Kroisová, D. Ultramikroskopické částice v polymerních kompozitních systémech. Disertační práce. TUL, Liberec, 2002.
- [28] Gu, J., Wu, G., Zhang, Q. Preparation and damping properties of fly ash filled epoxy composites. In: *Materials Science and Engineering A* 452 – 453 (2006) 614 – 618.
- [29] Gu, J., Wu, G., Zhang, Q. Effect of porosity on the damping properties of modified epoxy composites filled with fly ash. In: *Scripta Materialia* 57 (2007) 529 – 532.
- [30] Shi, G., Zhang, M. Q., Rong, M. Z., Wetzel, B., Friedrich, K. Friction and wear of low nanometer  $\text{Si}_3\text{N}_4$  filled epoxy composites. In: *Wear* 254 (2003) 784 – 796.
- [31] Goertzen, W.K., Kessler, M. R. Dynamic mechanical analysis of fumed silica/cyanate ester nanocomposites. In: *Composites: Part A* (2008), doi: 10.1016/j.compositesa.2008.02.006.
- [32] Geethamma, V. G., Kalaprasad, G., Groeninckx, G., Thomas, S. Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites. In: *Composites: Part A* 36 (2005) 1499 – 1506.
- [33] Li, R. K. Y., Liang, J. Z., Tjong, S. C. Morphology and dynamic mechanical properties of glass beads filled low density polyethylene composites. In: *Journal of Materials Processing Technology* 79 (1998) 59 – 65.
- [34] Weidenfeller, B. Internal friction studies of particulate filled polypropylene. In: *Materials Science and Engineering A* 442 (2006) 371 – 374.

[35] Lv, L., Bai, S., Zhang, H., Wang, J., Yang, J., Xiao, J. Damping property of polymer chain structured GF/Pb-wire reinforced rubber composite. In: Materials Science and Engineering A 433 (2006) 121 – 123.

[36] Lv, L., Bai, S., Zhang, H., Wang, J., Xiao, J., Yang, J. Dynamic properties of glass-fiber-cored lead-wire reinforced rubber composites. In: Materials Science and Engineering A 429 (2006) 124 – 129.